

EXHIBIT 86

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

CONFIDENTIEL

SAMPLE N° 825428

REANALYSIS

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-4
<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4
SECTION 2 : TECHNICAL PART	pages 5-88
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation Instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive references	30
- Negative aliquot and Sample A 825428 for each fraction	34
4-3 Data on instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 825428 for each fraction	57
5-3 Data on instrument performances	69
5-4 Result form	87
SECTION 3 : Certificate of analysis n°30206	page 89
SECTION 4 : Annexes	pages 90-91

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Date de l'analyse de contrôle : 18/04/2007

Demande

Demande faite par : USADA

N° d'échantillon concerné : A825428

Nature du milieu biologique : URINE

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle

Laboratoire		Témoïn indépendant	Expert	Autres
Nom : S. Decoster	NEELIN	Mongongu		USADA P. de la... A
Signature: <i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>		

Chaîne de détention interne

Lieu de déstockage : Chambre froide Congélateur n° : CDF N° 1

Conditions de stockage : -80°C -20°C +4°C

Destockage des flacons : A B

Date : 18/04/2007 Heure : 10h30 Opérateur : out

Vérification de l'identification

Système : Versapak Berlinger Autre N° : A825428

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui Non

Intégrité des scellés : Oui Non

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoïn indépendant	Expert	Autre
<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>		USADA <i>[Signature]</i>

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007
		2/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Ouverture du scelle :

Date : 18/11/2007 Heure : 10h35 Opérateur : G...

Localisation : salle n° 204 10h45M

N° du flacon : A 825428

Volume : 20 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE
 CONFORME DES DONNÉES
 ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>

Remise sous scelle :

Oui

Non

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur:

Système : Versapak Berlinger Autre

N° de flacon : N° de scellé :

Volume restant :

Lieu de stockage Chambre froide Congélateur n°.....

Conditions de stockage -80°C -20°C +4°C

Stockage de la remis sous scellé

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur :

Validation de la remise sous scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

2

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A
		Version : C Date : 17/10/2006 1/1
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 825428

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2 puis restockage
18/04/2007 10h30	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°3
18/04/2007 10h45	49	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
18/04/2007 10h50	49	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 825428

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
18/04/2007 11h05	Aliquote EC31	49	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
19/04/2007 9h30	Aliquote EC31	49	Fin de préparation	
19/04/2007 14h43	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
19/04/2007 17h40	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Reprise pour analyses IRMS	
19/04/2007 18h49	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Fraction 3 diluée non exploitée pour conclure
19/04/2007 19h34	Aliquote EC31 (Fraction 3 concentrée)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Origine exogène des métabolites de la Testostérone

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES		
ECHANTILLON		
N° de laboratoire :	<input type="text"/>	N° échantillon : A 825408
Produit(s) confirmé(s) :	Analyse isotopique 13C/12C	
pH mesuré en conf :	5,1	Densité affichée en conf : 1,021
		Réfractomètre n° : 2
		* Densité corrigée : 1,023
CONFIRMATION QUALITATIVE		
Essai n° :	EC 31	
Mode opératoire de préparation :	M-EX-24	Version : C
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-52/41	Version : A/B
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>
CG/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE		
Essai n° :	EC	
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/UV <input type="checkbox"/>	Concentration estimée : <input type="text"/>	
* Concentration corrigée : <input type="text"/>		
CONFIRMATION QUANTITATIVE		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	Concentration mesurée : <input type="text"/>	
* Seuil corrigé : <input type="text"/>		
DEPISTAGE RAPIDE		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : 49	Code opérateur du responsable : 10	
Date et paraphe : 20/04/07	Date et paraphe : 20/04/07	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	5	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée : <input type="text"/>		

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: M-AN-52

- GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse CG/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05

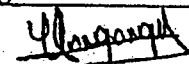
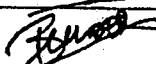
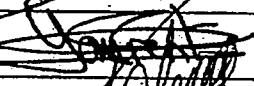
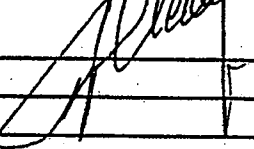
- GC/C/IRMS: M-DP-31

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

CONFIDENTIEL

Traiter simultanément : un blanc urinaire
un aliquot échantillon

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

CONFIDENTIEL

7

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 1 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Biohit 1-5ml
Cônes Biohit

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube
préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg
Tubes Kimbles 16x100 mm

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate
pH = 6.5

Dispensette

Tampon Phosphate pH = 6.5
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de
β-glucuronidase

Compte goutte

β-glucuronidase
Chambre froide à +4°C

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarck
Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Étuve

CONFIDENTIEL

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans
tubes préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

8

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon :
Mettre de côté un tube sec
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur
Vortex

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner
Vortex

Pyridine desséchée
Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

CONFIDENTIEL

Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C
ou
Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile
Agiter 10 secondes
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml
Cônes Biohit

Acétonitrile
Eau ultrapure

Vortex

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions
F1 (environ 2h00)
F2 (environ 1h30)
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Traitement des fractions F1, F2 et F3

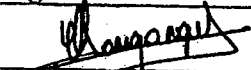
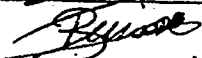


<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

CONFIDENTIEL

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 4 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélié LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAÛRRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : Eau ultrapure
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches.

L'ordre de passage est le suivant:

- Blanc urinaire 1
- Echantillon 1
- Blanc urinaire 2
- Echantillon 2
- ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

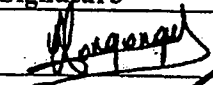
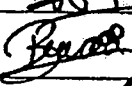

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C ₁₈ Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
 Voie 2 : Eau ultrapure
 Voie 3 : Acétonitrile
 Voie 4 : Rien
 Voie 5 : Rien
 Voie 6 : Rien
 Voie 7 : Rien
 Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1
 Blanc urinaire 1 tube 2
 Blanc urinaire 1
 Echantillon 1 tube 1
 Echantillon 1 tube 2
 Echantillon 1
 Blanc urinaire 2 tube 1
 Blanc urinaire 2 tube 2
 Blanc urinaire 2

15

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Echantillon 2 tube 1
 Echantillon 2 tube 2
 Echantillon 2

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

16

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	<i>[Signature]</i>

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C ₁₈
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
08 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2: H₂O (ultrapure)
- Voie 3: Acétonitrile
- Voie 4: Rien
- Voie 5: Rien
- Voie 6: Rien
- Voie 7: Rien
- Voie 8: Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.

Utiliser le gros rack, disposer au niveau des recueils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

18

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08
		Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

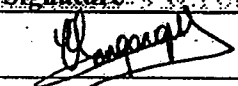
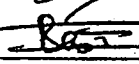
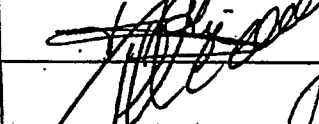
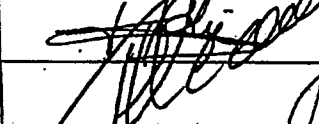
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

CONFIDENTIEL

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H ₂ O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH ₃ CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H ₂ O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

20

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

A 825428

Sexe :

M

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date : 18/04/07

Heure : 10h30

Prise d'essai:

Volume:

27 mL

Heure:

10h50

Paraphe:

[Signature]

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	18/04/07	pHmet n° : 7	51,6	5,12	<i>[Signature]</i>
Densité	18/04/07	Refract n° : 2		1,021	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1,024

Prise d'essai :

16 mL

Paraphe :

[Signature]

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	18/04/07	11h05		Rapid Trace : RT0RD	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		12h40		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Evaporation	18/04/07	12h40	13h50	Bain à sec (BSE) : S2i	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Hydrolyse	18/04/07	14h00		Code du tampon : T060207-1	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		15h05	DLU* de la βGlu : 16 0507 Etuve n° : 5	
Deuxième extraction	18/04/07	15h25		Rapid Trace : RT0RD	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		17h10		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

*DLU: date limite d'utilisation

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	18/04/07	17h10	18h40	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER-1	
Acétylation	18/04/07	18h45		DLU* Anhydride acétique : 11/2007 DLU* Pyridine : 12/2007	<i>[Signature]</i>
	19/04/07		9h30	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	<i>[Signature]</i>
Evaporation	19/04/07	9h30	9h45	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Troisième extraction	19/04/07	9h50		Rapid Trace : RTORD	<i>[Signature]</i>
	19/04/07		11h25		<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER-1	
Evaporation	19/04/07	11h25	13h30	Bain à sec (BSE) : N4	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER-1	
Ajout SI,	19/04/07	13h30		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	
Mise en vial	19/04/07		13h45	004 C.	<i>[Signature]</i>
Evaporation	19/04/07	13h45		Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
	19/04/07		13h55		<i>[Signature]</i>
Stockage à +4°C				Lieu : CH-ER-1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	20	20	20
Volume hexane (µl)	100	400	100

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	19/04/07	14h00			
Injection CG/MS	19/04/07	14h05		MSD 33	
	19/04/07		17h40		
Ajout du SI si nécessaire	19/04/07	17h40		Code du SI (200ng/µL) : H67-004C	
Evaporation	19/04/07	17h45	17h58	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	3	40	2
Volume final hexane (µl)	25	400	20

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	19/04/07	17h58			
Injection GC/C/IRMS	19/04/07	18h05		ISOPRIME 2	

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation F3	19/04/07	19h10	19h15		
Reprise hexane injection-F3-1	19/04/07	19h15	19h20		

Ecart n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 1/2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	CONFIDENTIEL

2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	



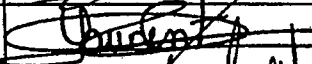
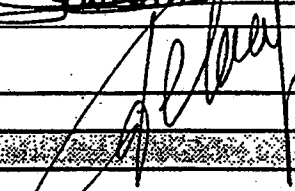
APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

25

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 2 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	09/05/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

CONFIDENTIEL



LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur:	30m
Diamètre interne:	0.25mm
Epaisseur du film:	0.25µm

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)
Température injecteur:	280°C
Volume injecté:	1µl
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONDITIONS GC:

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70->270°C à 30°C/min 270°C pendant 12 min 270->300°C à 10°C/min 300°C pendant 3 min
Température finale:	25.67 min
Temps d'analyse:	0.5 min
Temps d'équilibrage de la colonne:	Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
Pression constante:	300°C
Température de la ligne de transfert	

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

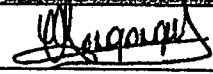
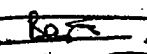
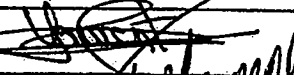

CONDITIONS SM:

Solvent delay:	9 min
Température quad:	150°C
Température Source:	230°C
Fichier tune:	Autotune
Mode d'acquisition:	Full scan 50-550 uma

CONFIDENTIEL

27

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 2 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

CONFIDENTIEL

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2007\Avril07\1904.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\1904\

Top Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
(X) Full Method (X) Inject Anyway
() Reprocessing Only () Don't Inject

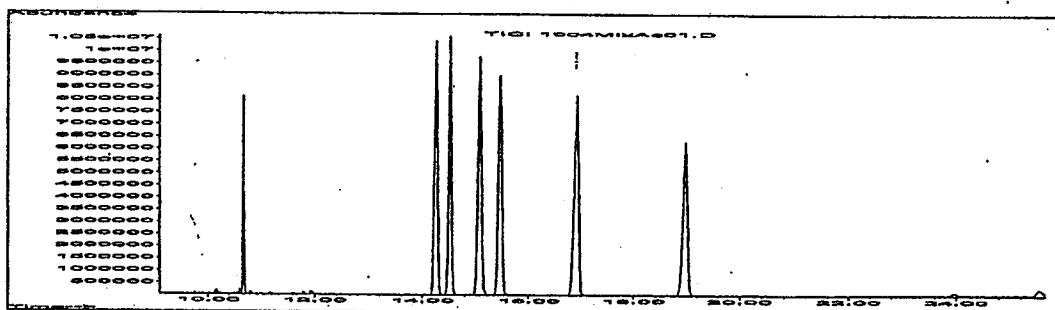
Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	1904MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Calibration	2
	Datafile	1904MixAc02
	Method	MAN_52
3)	Blank	3 Blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4 428f3 MAN_52 A 825428 F3
5)	Blank	5 Blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6 428f2 MAN_52 A 825428 F2
7)	Blank	7 Blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8 428F1 MAN_52 A 825428 F1
9)	Blank	9 Blu2F3 MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10 856f3 MAN_52 A 993856 F3
11)	Blank	11 Blu2F2 MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12 856F2 MAN_52 A 993856 F2
13)	Blank	13 Blu2F1 MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14 856F1 MAN_52 A 993856 F1

Séquence vérifiée par : 49

Remarques :

.....

Data File Name 1904MixAc01.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril\071904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 12:02
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 50
 Vial Number 1
 Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	10,836,103
Etiocholanolone AC	14.29	1.339	272	20,230,020
Androsterone AC	14.54	1.363	272	33,688,913
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.10	1.415	256	19,401,920
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.47	1.450	316	24,332,804
11 KetoEtiocholanolone AC	16.96	1.590	271	24,856,944
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.02	1.783	284	23,256,614

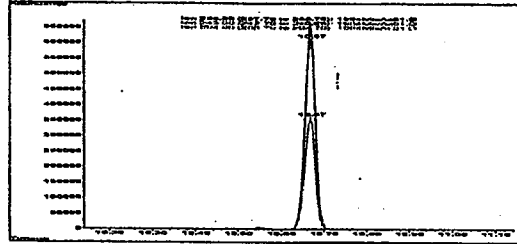
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,646,408	107.5
Etiocholanolone AC	257	12,986,628	64.2
Androsterone AC	257	14,550,597	43.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	16,838,134	86.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,152,584	62.3
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,132,402	89.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,352,599	57.4

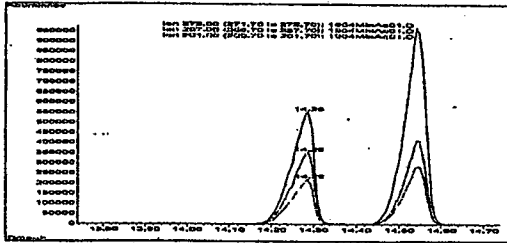
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,399,700	59.1
Etiocholanolone AC	201	8,027,361	39.7
Androsterone AC	218	10,490,644	31.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,236,782	78.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	12,531,331	51.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	14,422,066	58.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	6,437,356	27.7

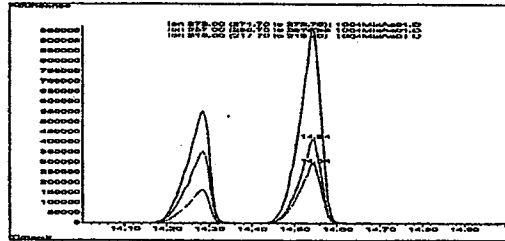
5a Androstanol AC



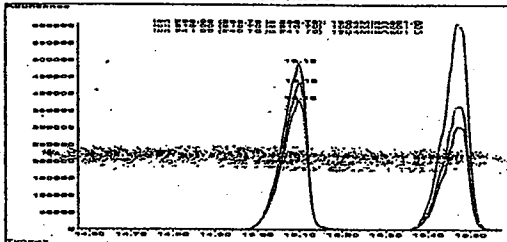
Etiocholanolone AC



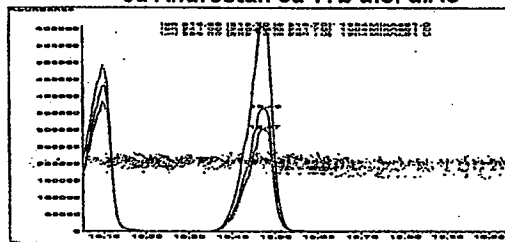
Androsterone AC



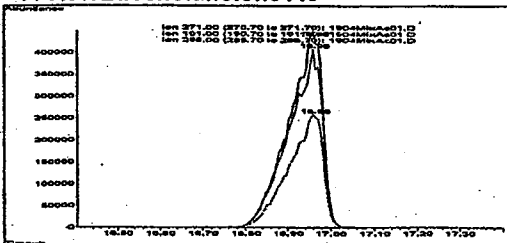
5b Androstan 3a 17b diol diAC



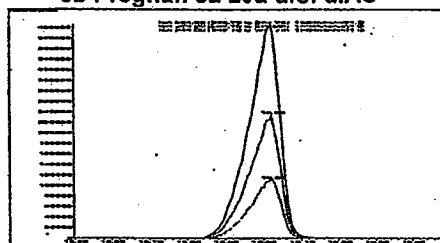
5a Androstan 3a 17b diol diAC



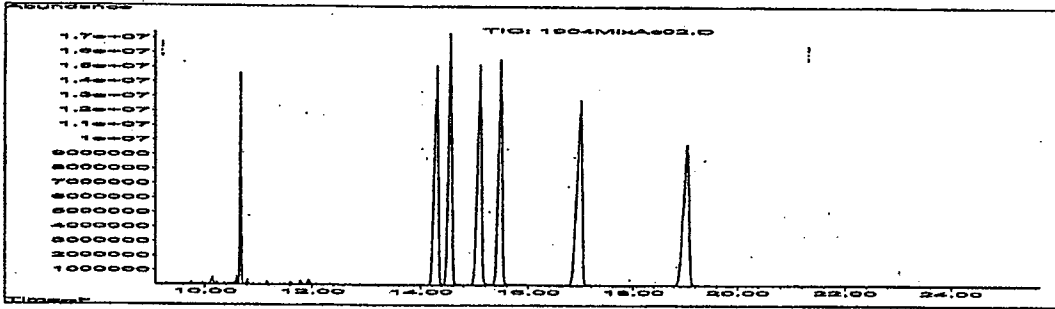
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 1904MixAc02.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 12:33
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 100
 Vial Number 2
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	21,099,180
Etiocholanolone AC	14.32	1.342	272	38,243,693
Androsterone AC	14.58	1.366	272	63,571,517
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.418	256	37,961,866
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.454	316	49,942,763
11 KetoEtiocholanolone AC	17.02	1.595	271	48,955,423
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.08	1.787	284	46,424,780

M2 signal

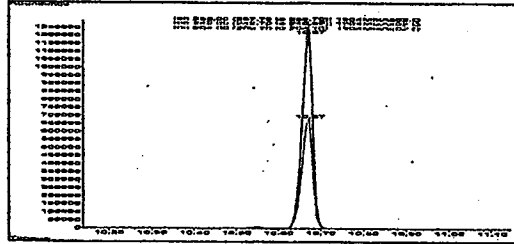
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	22,498,847	106.6
Etiocholanolone AC	257	24,672,655	64.5
Androsterone AC	257	27,963,794	44.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	33,982,361	89.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	29,734,044	59.5
11 KetoEtiocholanolone AC	191	41,649,325	85.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	26,532,877	57.2

M3 signal

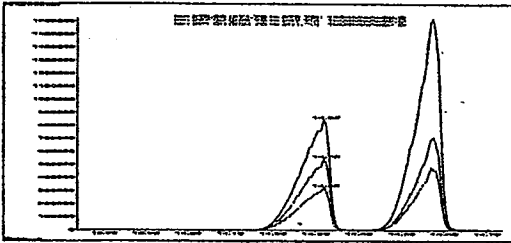
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	12,223,233	57.9
Etiocholanolone AC	201	15,136,571	39.6
Androsterone AC	218	19,689,948	31.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	29,499,659	77.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	25,199,810	50.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	29,014,443	59.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,573,886	27.1

32

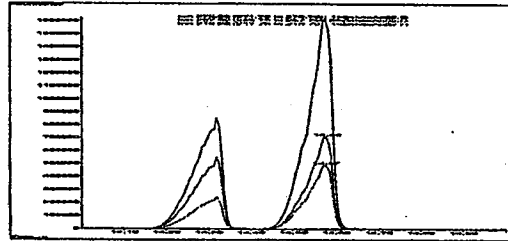
5a Androstanol AC



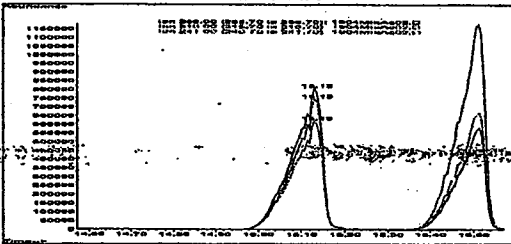
Etiocholanolone AC



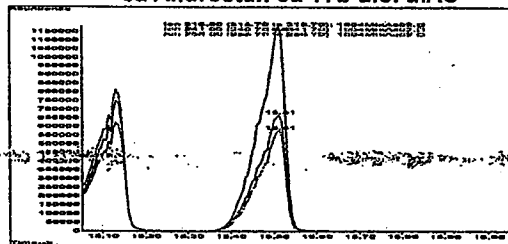
Androsterone AC



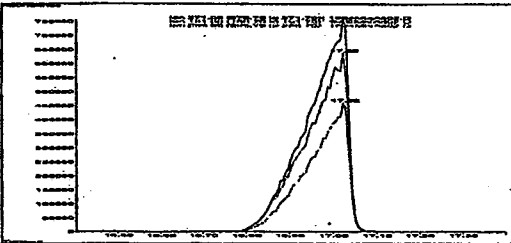
5b Androstan 3a 17b diol diAC



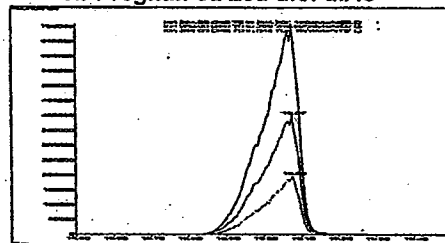
5a Androstan 3a 17b diol diAC



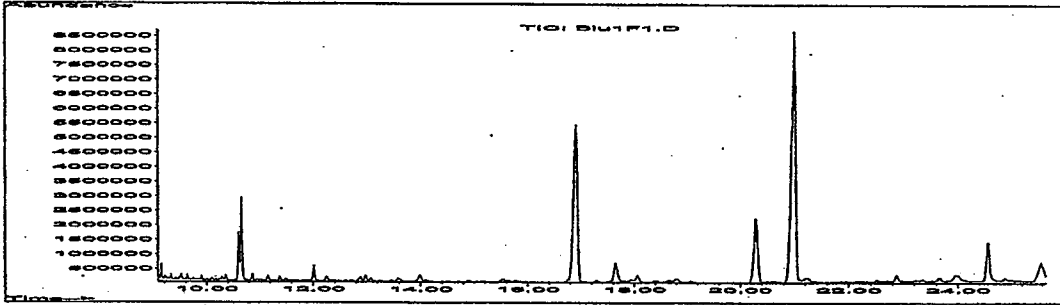
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu1F1.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 16:20
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F1
 Vial Number 7
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	3,830,829
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.92	1.586	271	15,943,177
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

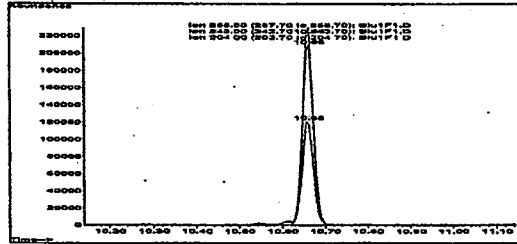
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,086,209	106.7
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	14,026,682	88.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

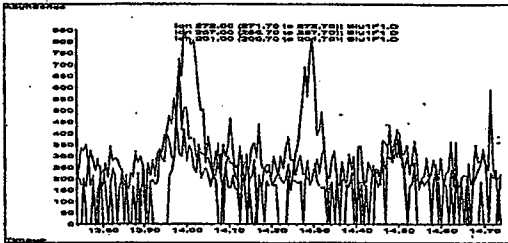
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,193,587	57.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	9,416,163	59.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

36

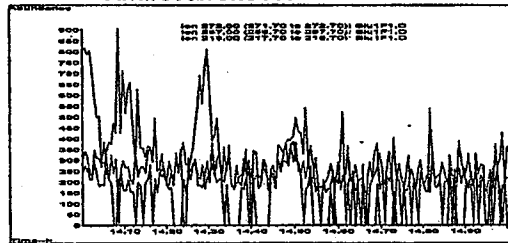
5a Androstanol AC



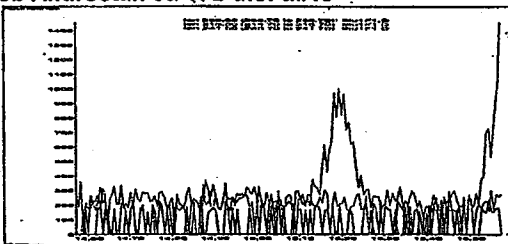
Etiocholanolone AC



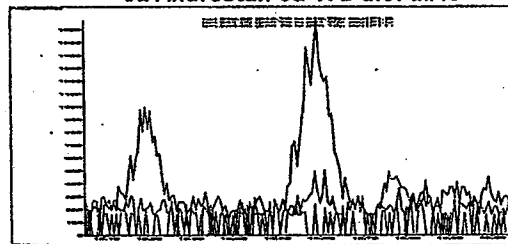
Androsterone AC



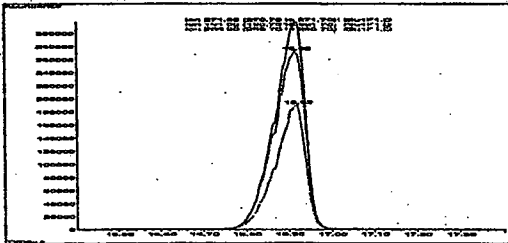
5b Androstan 3a 17b diol diAC



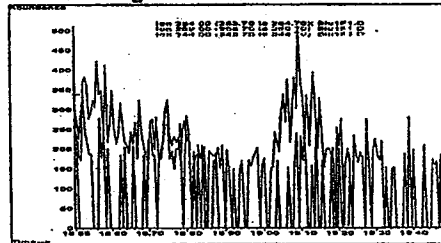
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

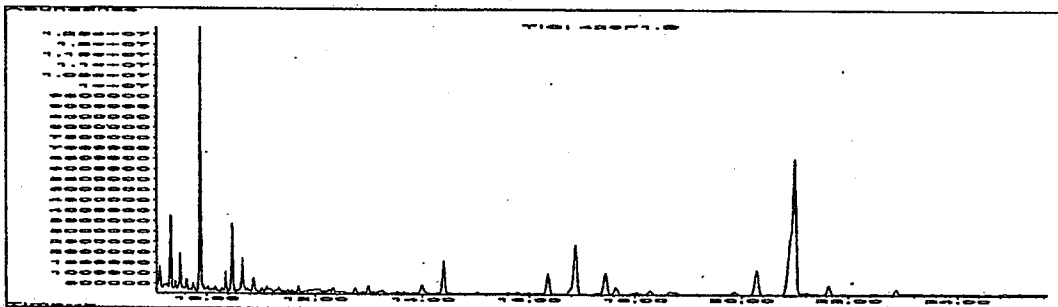


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



35

Data File Name 428F1.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 16:52
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 825428 F1
 Vial Number 8
 Misc Info A 825428 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	1,722,769
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.88	1.583	271	5,311,477
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

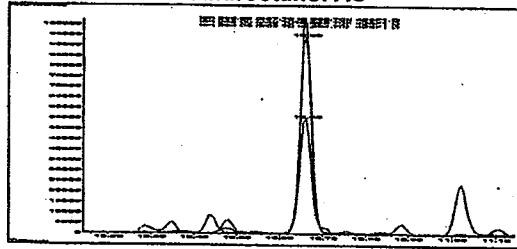
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,906,035	110.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	4,833,424	91.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

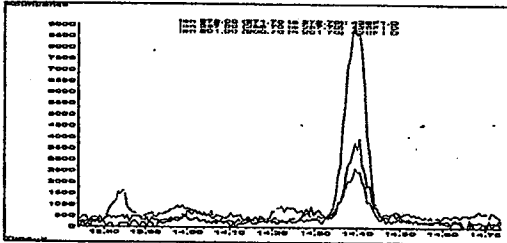
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,134,294	65.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	3,151,672	59.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

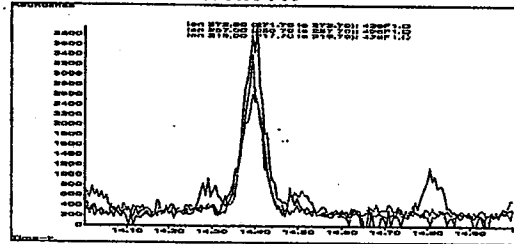
5a Androstanol AC



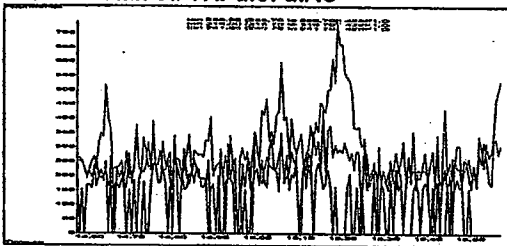
Etiocholanolone AC



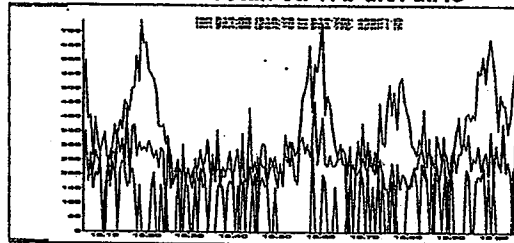
Androsterone AC



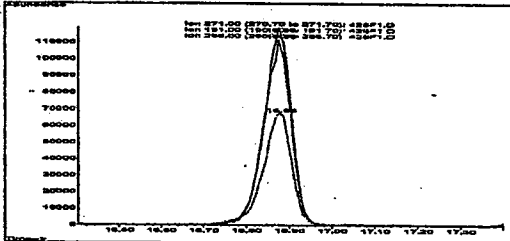
5b Androstan 3a 17b diol diAC



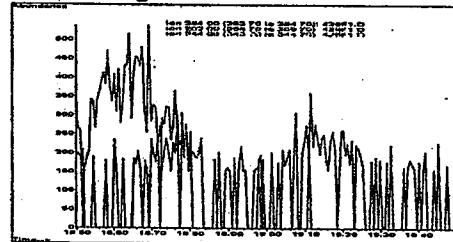
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

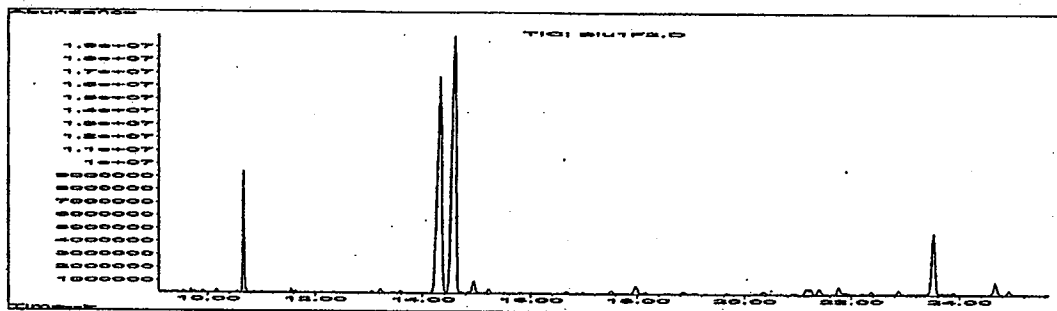


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



37

Data File Name Blu1F2.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 15:16
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F2
 Vial Number 5
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	12,085,252
Etiocholanolone AC	14.34	1.344	272	47,370,855
Androsterone AC	14.62	1.371	272	96,930,811
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

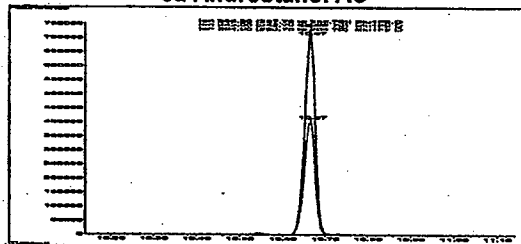
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	13,002,783	107.6
Etiocholanolone AC	257	29,985,261	63.3
Androsterone AC	257	41,786,773	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

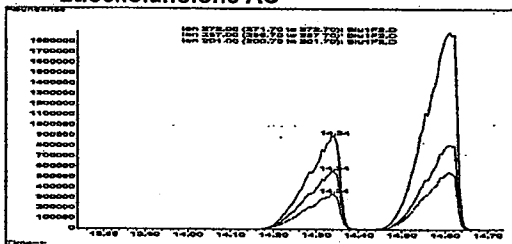
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	7,194,480	59.5
Etiocholanolone AC	201	18,555,920	39.2
Androsterone AC	218	29,912,107	30.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

38

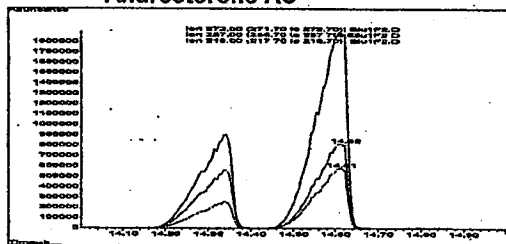
5a Androstanol AC



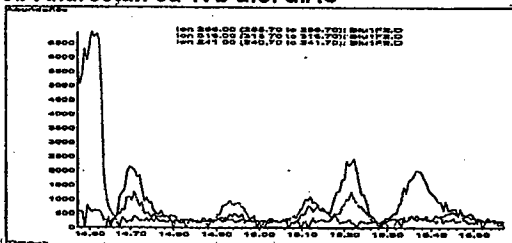
Etiocholanolone AC



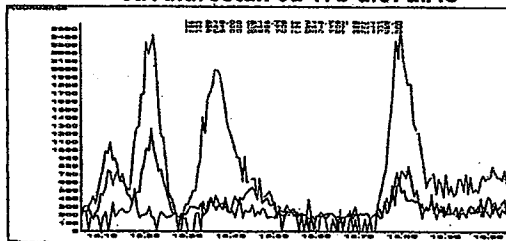
Androsterone AC



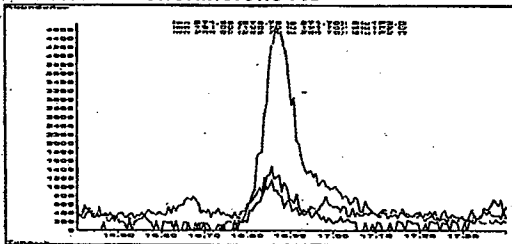
5b Androstan 3a 17b diol diAC



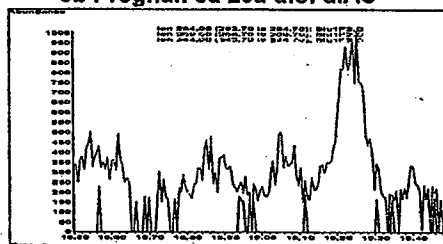
5a Androstan 3a 17b diol diAC



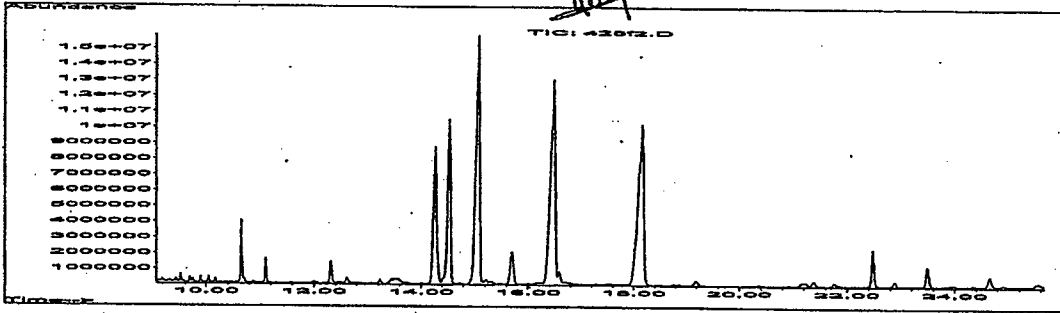
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 428f2.D
 Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 15:48
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 825428 F2
 Vial Number 6
 Misc Info A 825428 Fraction 3 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	5,037,850
Etiocholanolone AC	14.27	1.339	272	17,075,369
Androsterone AC	14.54	1.364	272	33,294,729
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

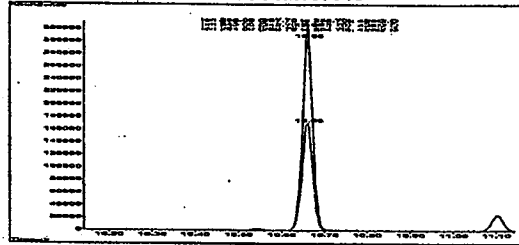
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,442,898	108.0
Etiocholanolone AC	257	10,969,442	64.2
Androsterone AC	257	14,407,521	43.3
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

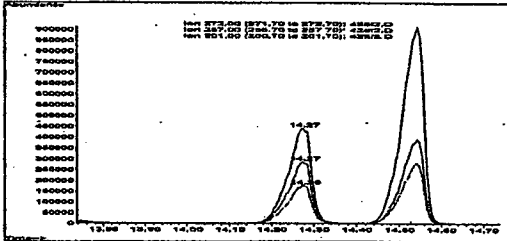
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,947,517	58.5
Etiocholanolone AC	201	7,049,626	41.3
Androsterone AC	218	10,511,709	31.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

40

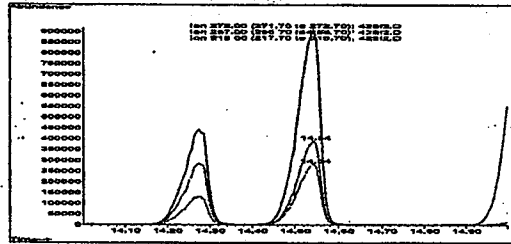
5a Androstanol AC



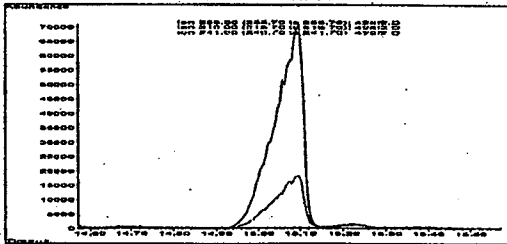
Etiocholanolone AC



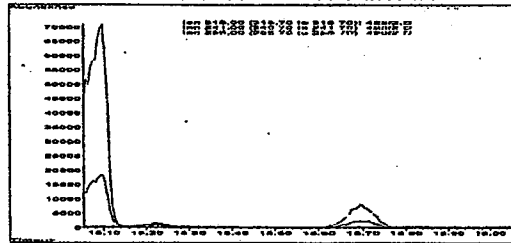
Androsterone AC



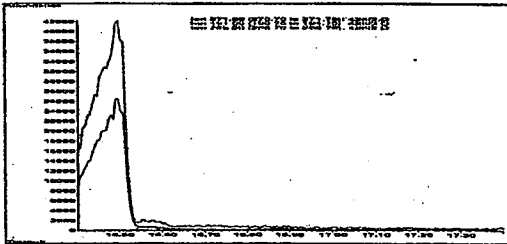
5b Androstan 3a 17b diol diAC



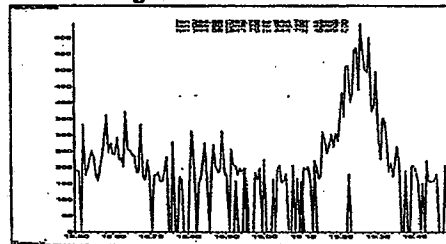
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

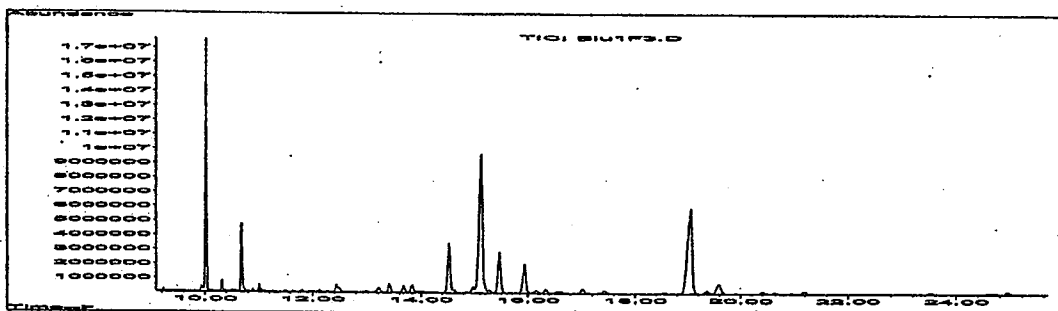


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



41

Data File Name Blu1F3.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 14:11
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F3
 Vial Number 3
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	6,026,619
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.14	1.417	256	21,039,328
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.46	1.448	316	5,975,063
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.06	1.785	284	22,563,679

M2 signal

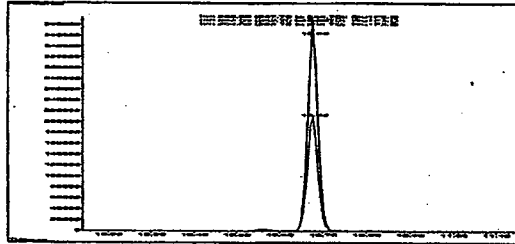
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,527,366	108.3
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	18,407,966	87.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,813,653	63.8
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,005,926	57.6

M3 signal

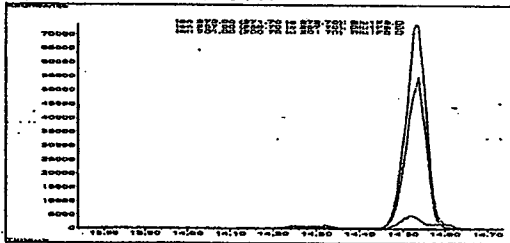
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,547,450	58.9
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	16,238,982	77.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	3,160,034	52.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,976,752	26.5

42

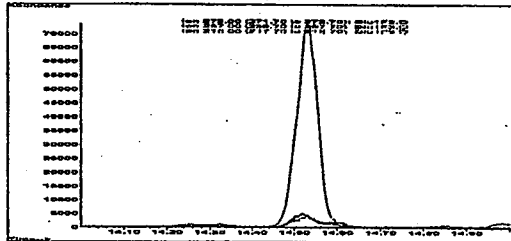
5a Androstanol AC



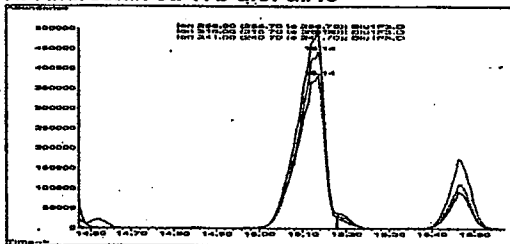
Etiocholanolone AC



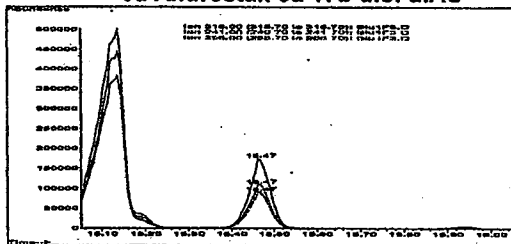
Androsterone AC



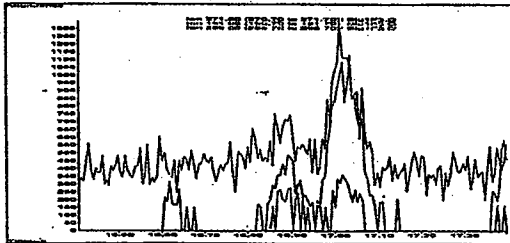
5b Androstan 3a 17b diol diAC



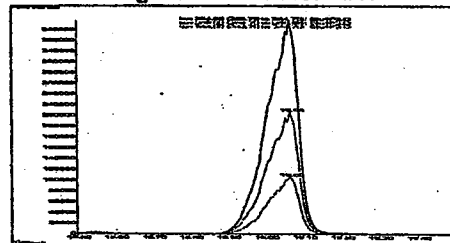
5a Androstan 3a 17b diol diAC



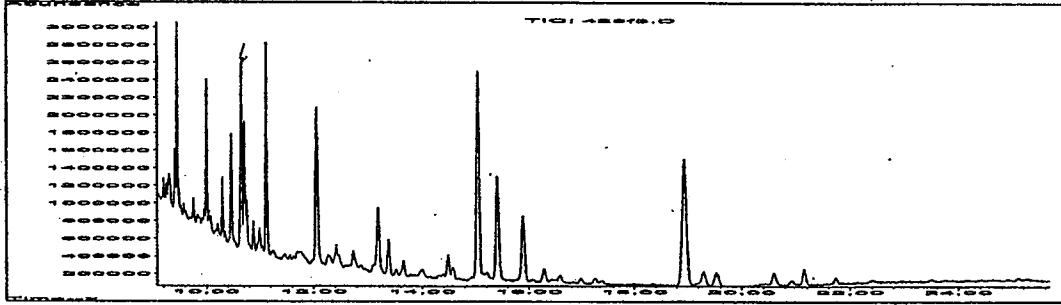
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 428f3.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 14:43
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 825428 F3
 Vial Number 4
 Misc Info A 825428 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ref Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	2,516,038
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.05	1.412	256	4,151,528
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.42	1.447	316	2,739,880
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.94	1.776	284	4,745,873

M2 signal

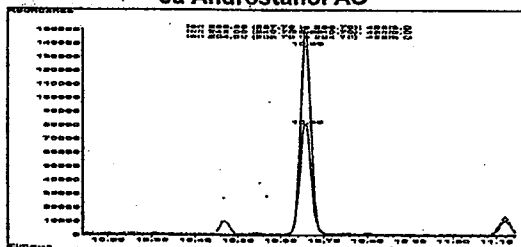
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,739,448	108.9
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	3,673,153	88.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,754,908	64.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	2,756,345	58.1

M3 signal

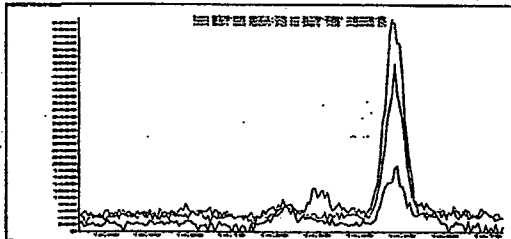
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,534,939	61.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,310,470	79.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	1,395,556	50.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	1,297,609	27.3

44

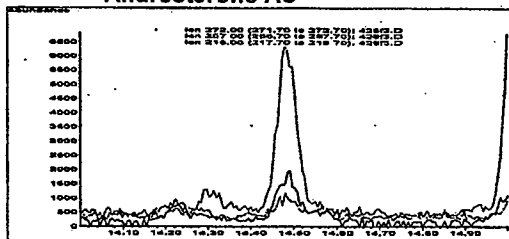
5a Androstanol AC



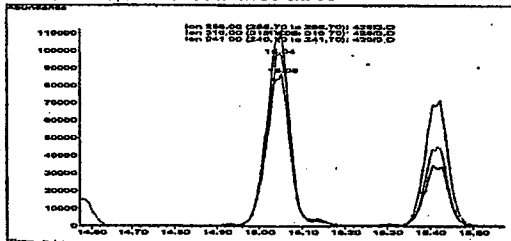
Etiocholanolone AC



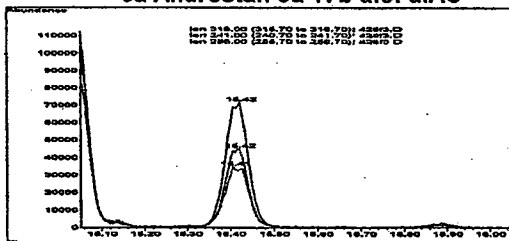
Androsterone AC



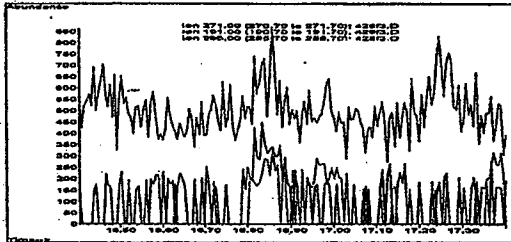
5b Androstan 3a 17b diol diAC



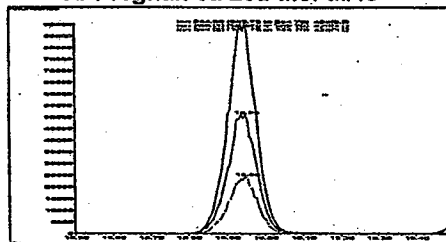
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



45

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007
		1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS		

Appareil : NSD 220 Date : 19/04/07

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

MSD Ion 69 ou 219 majoritaire
 Abondance de l'ion 502 > 3%
 18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%

Oui	Non	Code op
α		49
α		49
α		49

Observations :

2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	1904 Nix Acc 01	α		49
Mix	1904 Nix Acc 02	α		49
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

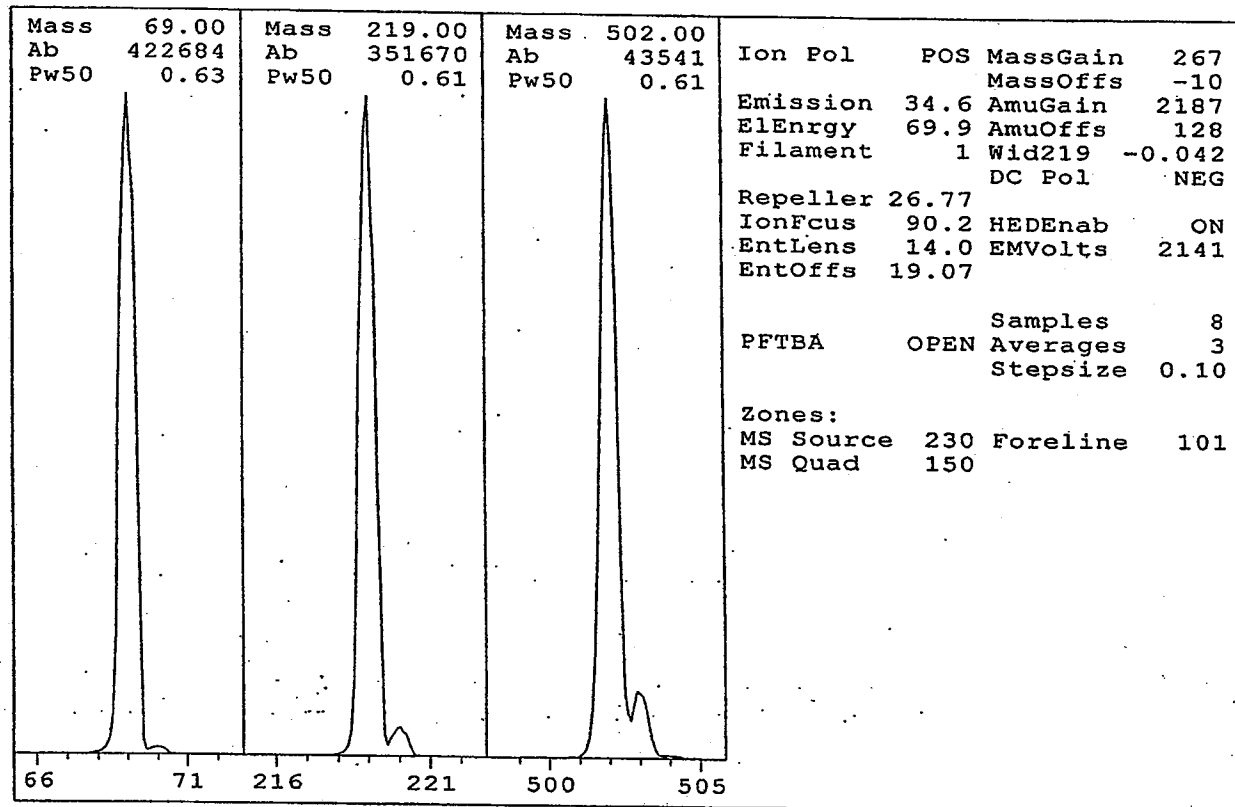
Observations éventuelles du responsable :

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

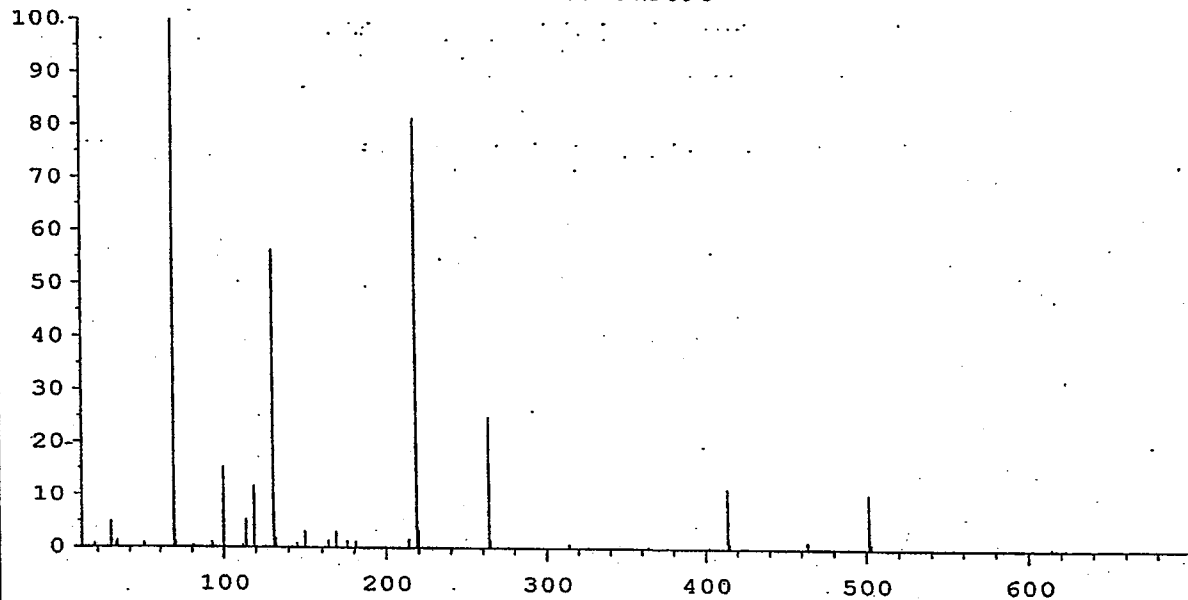
Thu Apr 19 10:39:43 2007
 C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
 112 peaks Base: 69.00 Abundance: 373696



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	373696	100.00	70.00	4161	1.11
219.00	304128	81.38	220.00	12487	4.11
502.00	39144	10.47	503.00	4225	10.79

47

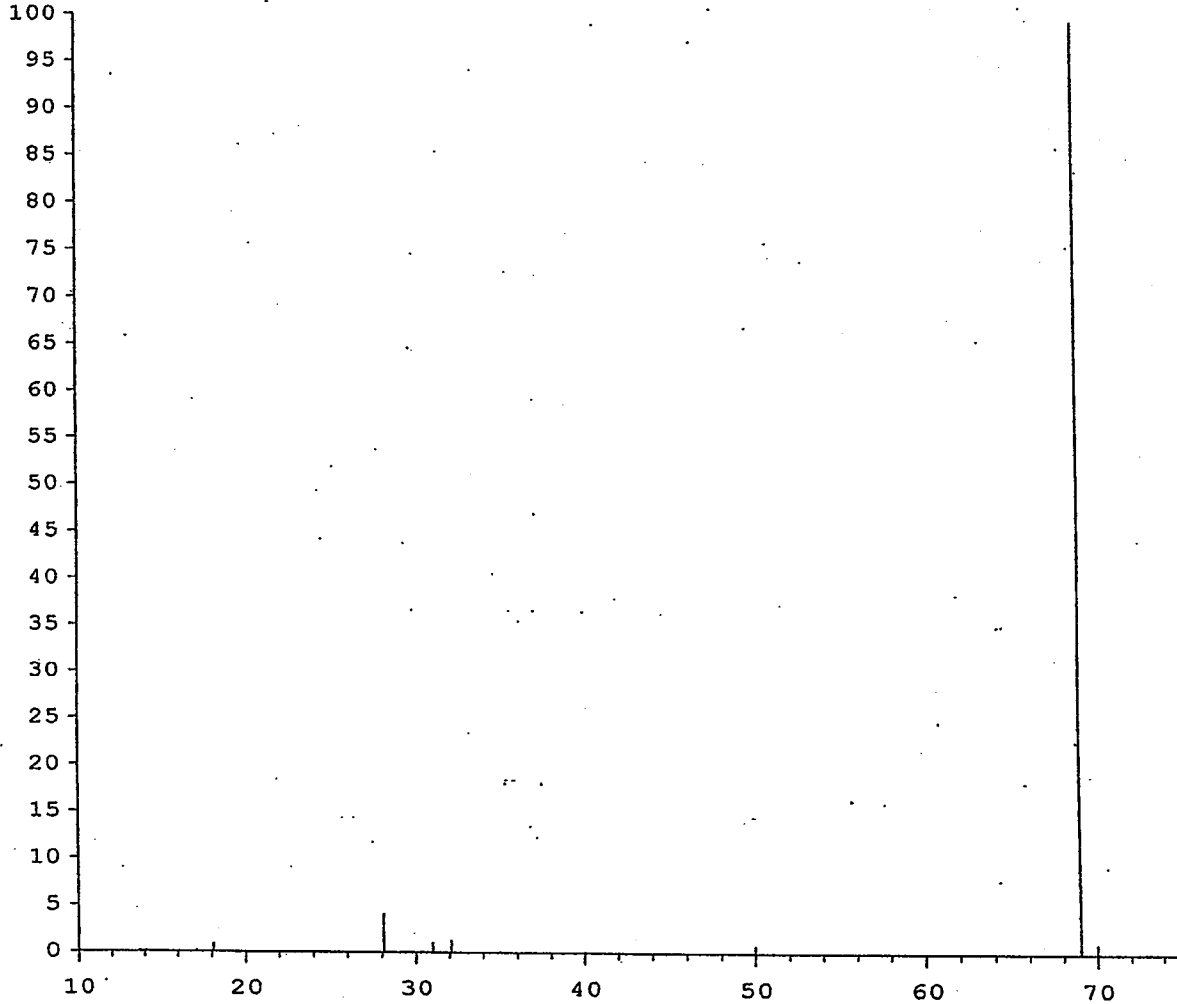
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Thu Apr 19 11:49:49 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
67 peaks Base: 69.00 Abundance: 432000



Mass	Abund	Rel. Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	432000	100.00	70.00	4626	1.07
18.10	3671	0.85	19.10	61	1.66
28.10	17856	4.13	29.10	148	0.83

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.85 Water%
28/69 = 4.13 Nitrogen%
32/69 = 1.28 Oxygen%
44/69 = 0.10 Carbon Dioxide%
28/18 = 486.41 Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)
 < 25% +/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,67	10,66	10,66	10,66
Fichier	1904MixAc01	428F1	428F2	428F3

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,96	1,590	100	89,0	58,0	16,88	1,583	100	91,0	59,3
Tolérance basse	16,79	1,574		79,0	48,0					
Tolérance haute	17,13	1,606		99,0	68,0					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,29	1,339	100	64,2	39,7	14,27	1,339	100	64,2	41,3
Tolérance basse	14,15	1,326		54,2	31,8					
Tolérance haute	14,43	1,352		74,2	47,6					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

69

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1/2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min
Température finale:	45 min
Temps d'analyse:	Ajuster le SI à environ 870s
Pression constante:	

28 OCT. 2005

INTERFACE

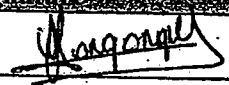

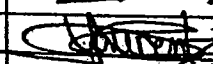

Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

Acheteur	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

CONFIDENTIEL

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s) : N-AN-41 (Vers. B)

Durée d'application de la modification:

TEMPORAIRE, date de début d'application : date de fin d'application:

DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: ... 15.01.07

Modification apportée :

CONFIDENTIEL

- Pour analyser la Testostérone xule, modification des conditions SN au niveau de la programmation de l'acquisition (N-AN41B pour l'instrument) :

100	RG open	2430	RG close
130	RG close	2460	RG open
160	RG open	2490	RG close
190	RG close	2510	RG open
220	RG open		
250	RG close		
750	HS close		
1150	HS open		
1300	HS close		
2000	HS open		

ASSURANCE QUALITÉ
 a f l d
 Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:



Identification par un NUMERO. 95
 et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

54

Sample List: C:\Masslynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\1904.spl
 Printed: Thu Apr 19 19:46:50 2007

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Sample Type	Process Options
1 1904stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---	---
2 1904stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---	---
3 1904stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---	---
4 1904MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---	---
5 1904MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---	---
6 1904MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---	---
7 1904MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---	---
8 1904Blu1F3	Bianc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	---	---
9 1904426F3	A 825426 Fraction 3/30uL	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	---	---
10 1904Blu1F2	Bianc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	---	---
11 1904426F2	A 825426 Fraction 2/550uL	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	---	---
12 1904Blu1F1	Bianc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	7	20.000	IsoPrimeDP	---	---
13 1904426F1	A 825426 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	8	20.000	IsoPrimeDP	---	---
14 1904Blu2F3	Bianc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	---	---
15 1904428F3	A 825428 Fraction 3/20uL	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	---	---
16 1904428F3-2	A 825428 Fraction 3/15uL	M-AN41	M-AN41	11	30.000	IsoPrimeDP	---	---
17 1904Blu2F2	Bianc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	12	30.000	IsoPrimeDP	---	---
18 1904428F2	A 825428 Fraction 2/400uL	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	---	---
19 1904Blu2F1	Bianc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1/80uL	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	---	---
20 1904428F1	A 825428 Fraction 1/25uL	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	---	---
21 1904MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---	---

Séquence vérifiée par : 49.1.26
 Remarques :

55

Masslynx - Sample List

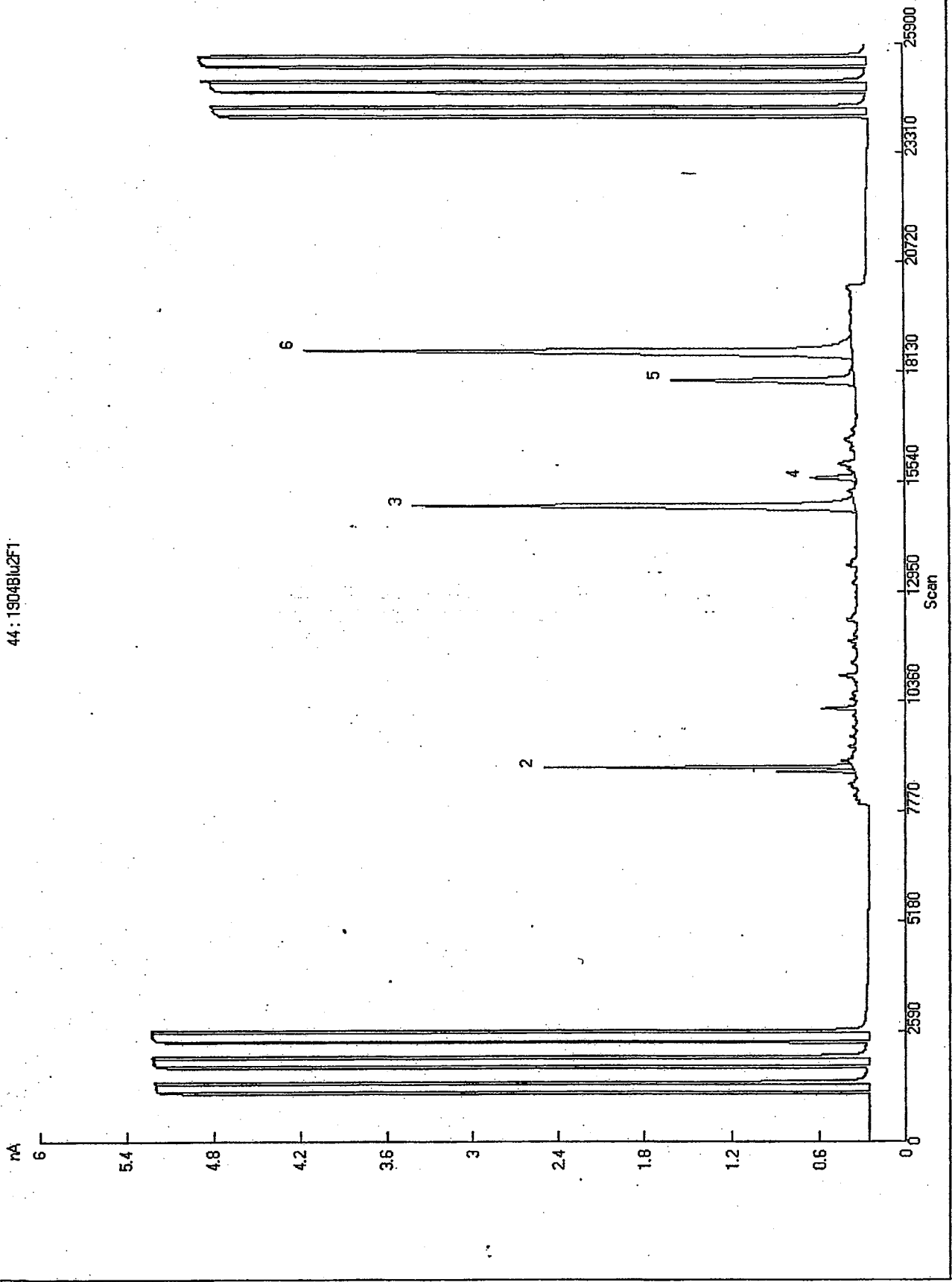
Sample List: C:\MassLynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\1904.sp
 Printed: Thu Apr 19 17:30:23 2007

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 1904stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
2 1904stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
3 1904stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
4 1904MixCallIRMS01	test de performance	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
5 1904MixCallIRMS02	test de performance	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
6 1904MixCallIRMS03	test de performance	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
7 1904MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---
8 1904Blu1F3	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	---
9 1904426F3	A 825426 Fraction 3/30uL	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	---
10 1904Blu1F2	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	---
11 1904426F2	A 825426 Fraction 2/550uL	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	---
12 1904Blu1F1	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	7	20.000	IsoPrimeDP	---
13 1904428F1	A 825428 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	8	20.000	IsoPrimeDP	---
14 1904Blu2F3	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	---
15 1904428F3	A 825428 Fraction 3/20uL	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	---
16 1904Blu2F2	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	---
17 1904428F2	A 825428 Fraction 2/400uL	M-AN41	M-AN41	12	30.000	IsoPrimeDP	---
18 1904Blu2F1	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1/80uL	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	---
19 1904428F1	A 825428 Fraction 1/25uL	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	---
20 1904MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---

Séquence vérifiée par : *[Signature]* 149

Remarques :

44: 19048102F1



57

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904Blu2F1.raw	Acquisition Date: 19/4/07 21:48
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 20
Line: 19	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 Pool 4-Fraction 1/80uL	

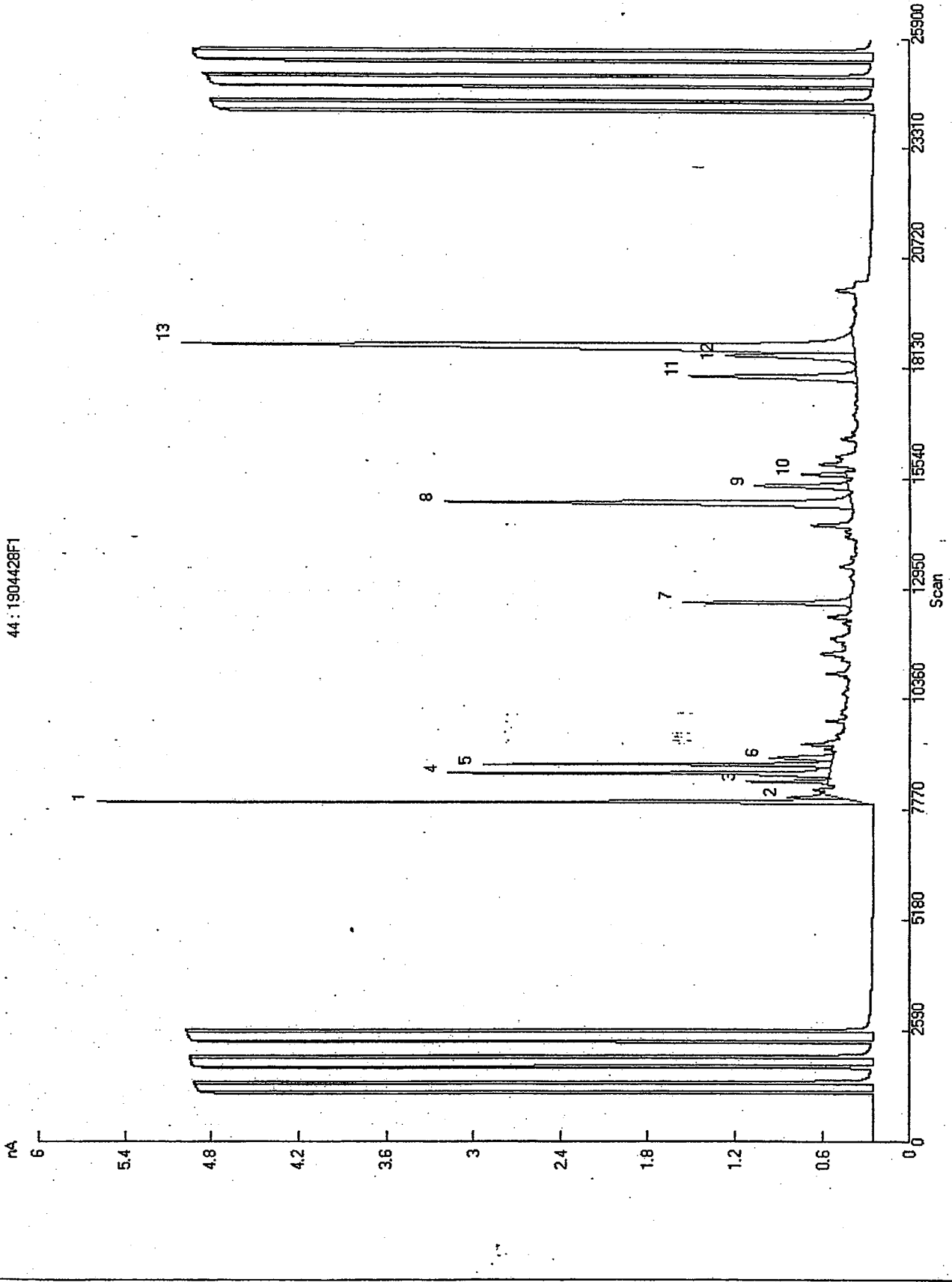
Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta		Molecular delta				
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.93	127.6	1.1680E-02	3.8121E-03
2	4.95	187.5	1.1680E-02	3.8111E-03
3	4.96	247.5	1.1681E-02	3.8101E-03
10	4.52	2427.3	1.1680E-02	3.8094E-03
11	4.53	2487.2	1.1680E-02	3.8118E-03
12	4.61	2547.2	1.1879E-02	3.8124E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8111E-03
 Std Dev of fit (%): 0.04 0.35

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	889.7	0.54	2.5943E-09	1.1665E-02	-1.31	-36.67	3.6986E-03	-29.52	-48.96	-19.61
2	889.8	2.13	9.9104E-09	1.1732E-02	4.44	-30.75	3.6986E-03	-29.53	-48.98	-19.63
3	1498.2	3.06	3.1970E-08	1.1800E-02	10.25	-24.76	3.7004E-03	-29.07	-48.54	-19.18
4	1562.4	0.31	2.5759E-09	1.1801E-02	10.38	-24.62	3.6992E-03	-29.37	-48.83	-19.48
5	1793.8	1.26	1.3136E-08	1.1790E-02	9.46	-25.59	3.7006E-03	-29.02	-48.49	-19.13
6	1864.0	3.79	4.7009E-08	1.1799E-02	10.22	-24.81	3.7012E-03	-28.84	-48.32	-18.95



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904428F1.raw	Acquisition Date: 19/4/07 22:32
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 20
Line: 20	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825428 Fraction 1/25uL	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 46/44	Ratio 45/44
1	4.64	127.3	1.1680E-02	3.8123E-03
2	4.68	187.2	1.1679E-02	3.8115E-03
3	4.69	247.2	1.1680E-02	3.8107E-03
17	4.54	2427.3	1.1680E-02	3.8093E-03
18	4.57	2487.2	1.1679E-02	3.8121E-03
19	4.68	2547.2	1.1679E-02	3.8125E-03

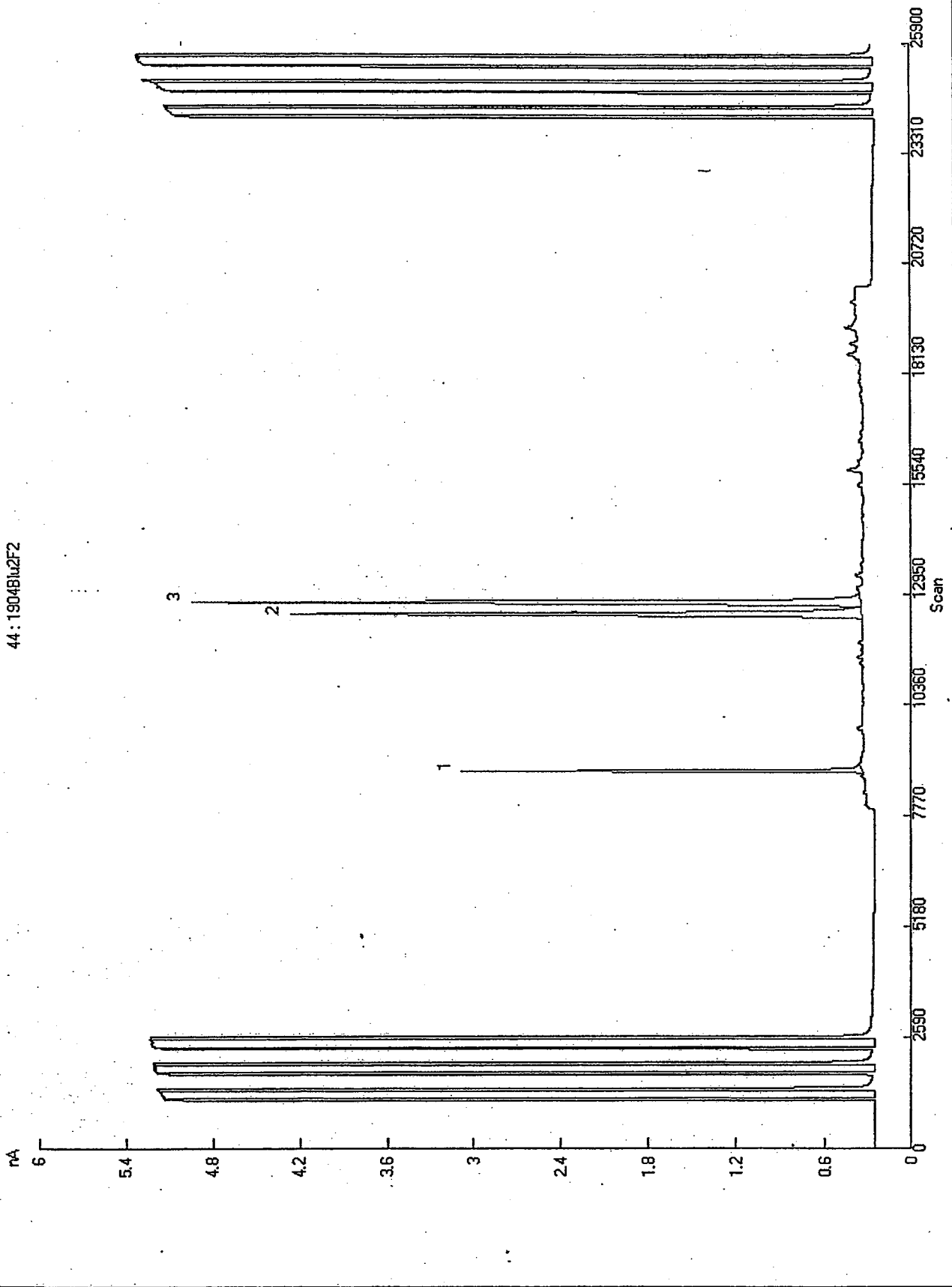
Mean: 1.1679E-02 3.8114E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.35

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	793.4	5.26	2.6356E-08	1.1648E-02	-2.71	-38.12	3.7005E-03	-29.12	-48.56	-19.20
2	805.0	0.35	2.3188E-09	1.1696E-02	1.40	-33.92	3.7037E-03	-28.28	-47.72	-18.34
3	841.5	0.55	2.5532E-09	1.1683E-02	0.27	-35.06	3.7010E-03	-28.98	-48.43	-19.06
4	860.7	2.62	1.4583E-08	1.1744E-02	5.52	-29.66	3.7016E-03	-26.82	-48.29	-18.92
5	892.6	2.39	1.2016E-08	1.1728E-02	4.14	-31.08	3.7016E-03	-28.82	-48.29	-18.92
6	896.7	0.43	3.5980E-09	1.1722E-02	3.64	-31.61	3.7032E-03	-28.40	-47.87	-18.49
7	1283.1	1.15	8.4897E-09	1.1741E-02	5.28	-29.89	3.6987E-03	-29.58	-49.03	-19.68
8	1497.8	2.80	2.6687E-08	1.1803E-02	10.55	-24.46	3.6998E-03	-29.29	-48.75	-19.40
9	1537.2	0.64	5.6997E-09	1.1713E-02	2.86	-32.37	3.6989E-03	-29.51	-48.95	-19.60
10	1564.2	0.31	2.1982E-09	1.1795E-02	9.91	-25.07	3.6953E-03	-30.46	-49.91	-20.59
11	1794.3	1.15	1.1838E-08	1.1789E-02	9.42	-25.60	3.6976E-03	-29.86	-49.31	-19.97
12	1843.0	0.88	9.7603E-09	1.1705E-02	2.23	-33.02	3.6979E-03	-29.77	-49.21	-19.87
13	1868.1	4.62	6.1222E-08	1.1798E-02	10.16	-24.85	3.6996E-03	-29.31	-48.78	-19.42

60

44: 1904B102F2



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904Blu2F2.raw	Acquisition Date: 19/4/07 20:18
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 20
Line: 17	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2/700uL	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

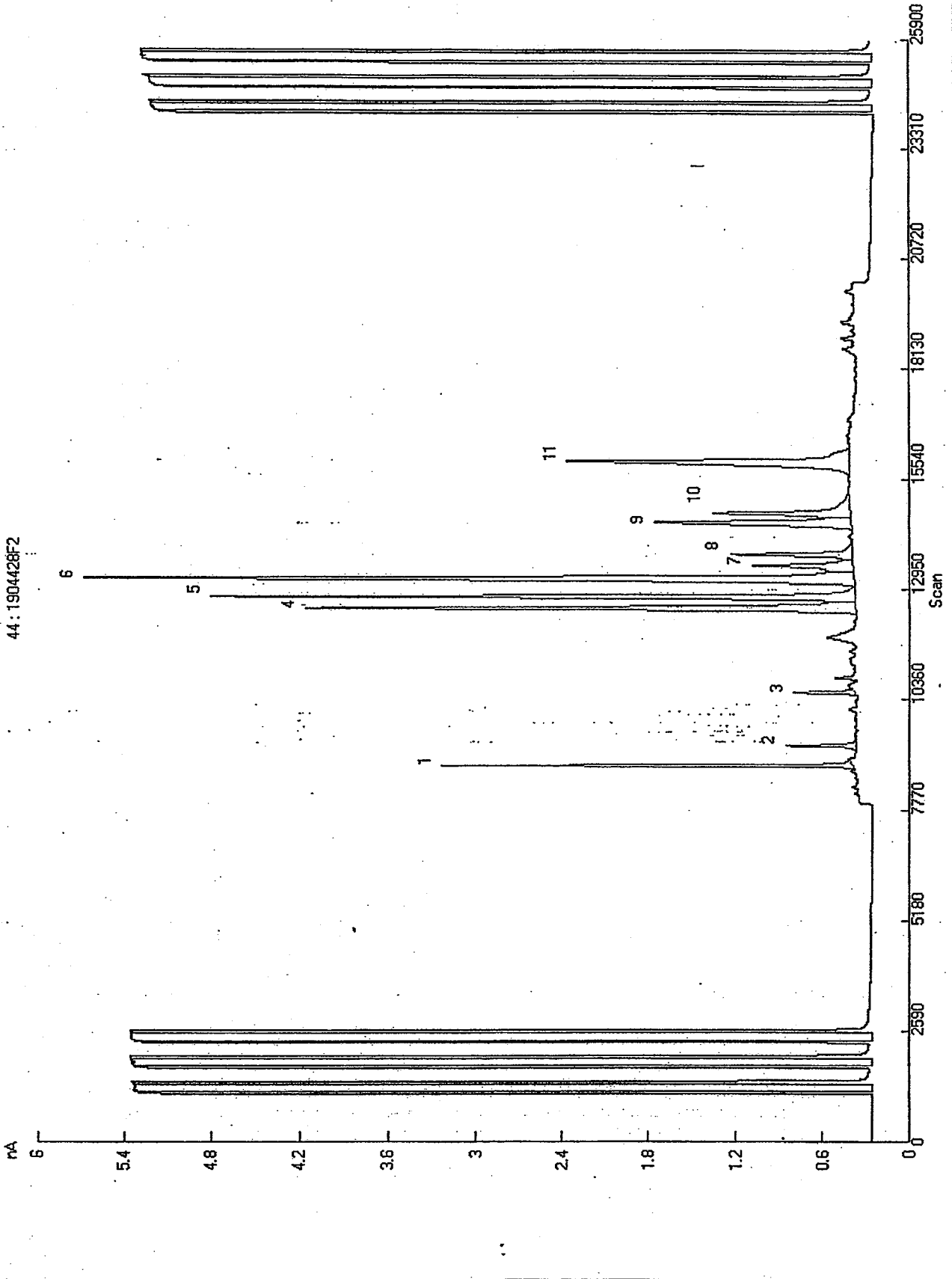
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.89	127.5	1.1680E-02	3.8122E-03
2	4.94	187.4	1.1680E-02	3.8113E-03
3	4.98	247.4	1.1680E-02	3.8102E-03
7	4.83	2427.6	1.1681E-02	3.8098E-03
8	4.90	2487.5	1.1681E-02	3.8115E-03
9	5.04	2547.5	1.1681E-02	3.8123E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8112E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.33

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.5	2.75	1.2869E-08	1.1738E-02	4.98	-30.22	3.6996E-03	-29.28	-48.73	-19.37
2	187.4	3.92	3.3460E-08	1.1792E-02	9.58	-25.76	3.7001E-03	-29.16	-48.62	-19.26
3	247.4	4.59	3.7189E-08	1.1801E-02	10.35	-24.67	3.7009E-03	-28.94	-48.41	-19.05

62



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904428F2.raw	Acquisition Date: 19/4/07 21:03
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spi	Injection Volume: 30
Line: 18	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825428 Fraction 2/400uL	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.07	127.7	1.1680E-02	3.8118E-03
2	5.07	187.6	1.1680E-02	3.8112E-03
3	5.09	247.6	1.1680E-02	3.8105E-03
15	4.95	2427.7	1.1681E-02	3.8083E-03
16	4.98	2487.6	1.1681E-02	3.8109E-03
17	5.01	2547.6	1.1681E-02	3.8115E-03

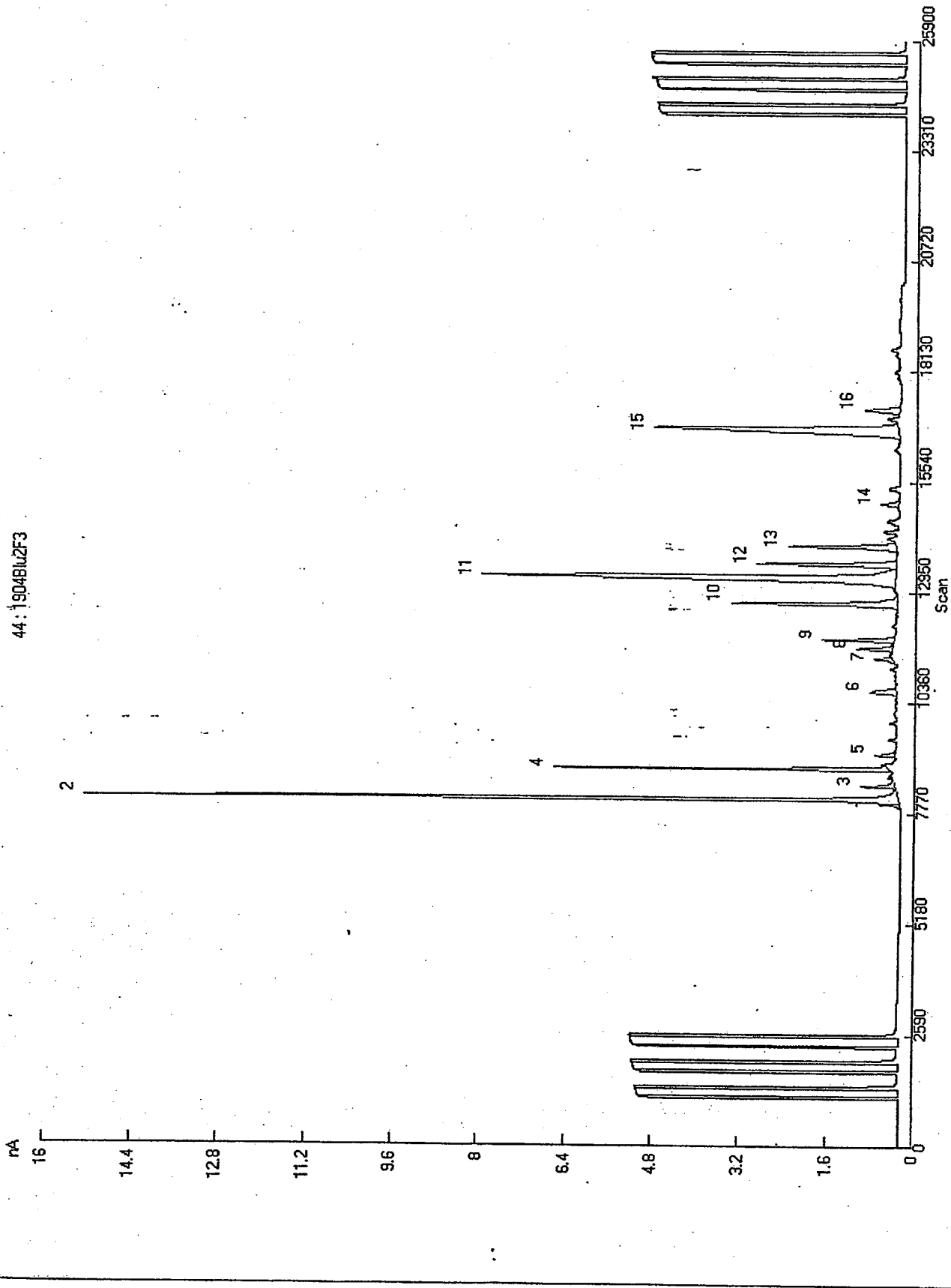
Mean: 1.1681E-02 3.8107E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.34

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	890.8	2.84	1.3251E-08	1.1735E-02	4.71	-30.49	3.7009E-03	-28.87	-48.33	-18.96
2	927.6	0.49	2.9291E-09	1.1723E-02	3.63	-31.60	3.7006E-03	-28.93	-48.39	-19.02
3	1052.7	0.42	2.4223E-09	1.1733E-02	4.52	-30.67	3.6995E-03	-29.21	-48.66	-19.30
4	1251.53	3.79	3.5008E-08	1.1784E-02	8.89	-28.47	3.6994E-03	-29.20	-48.66	-19.31
5	1278.2	4.43	3.5234E-08	1.1791E-02	9.48	-28.58	3.7002E-03	-28.99	-48.46	-19.09
6	1322.1	5.31	5.4216E-08	1.1702E-02	1.85	-33.43	3.7000E-03	-29.04	-48.49	-19.13
7	1350.9	0.70	7.9064E-09	1.1735E-02	4.65	-30.54	3.6993E-03	-29.22	-48.67	-19.32
8	1377.0	0.85	7.8210E-09	1.1755E-02	6.33	-28.81	3.6999E-03	-29.08	-48.54	-19.17
9	1452.3	1.36	1.6872E-08	1.1750E-02	5.94	-29.19	3.6980E-03	-29.57	-49.02	-19.67
10	1473.6	0.96	1.2010E-08	1.1783E-02	8.78	-26.28	3.6993E-03	-29.20	-48.67	-19.31
11	1596.0	1.96	2.7392E-08	1.1752E-02	6.08	-29.04	3.6988E-03	-29.92	-49.36	-20.03

64

44:19D481u2F3



65

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904Blu2F3.raw	Acquisition Date: 19/4/07 18:04
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 30
Line: 14	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3/40ul.	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta		Molecular delta				
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.81	127.6	1.1683E-02	3.8083E-03
2	4.88	187.4	1.1684E-02	3.8085E-03
3	4.93	247.4	1.1684E-02	3.8080E-03
20	4.53	2427.3	1.1680E-02	3.8092E-03
21	4.57	2487.2	1.1680E-02	3.8118E-03
22	4.68	2547.2	1.1680E-02	3.8128E-03

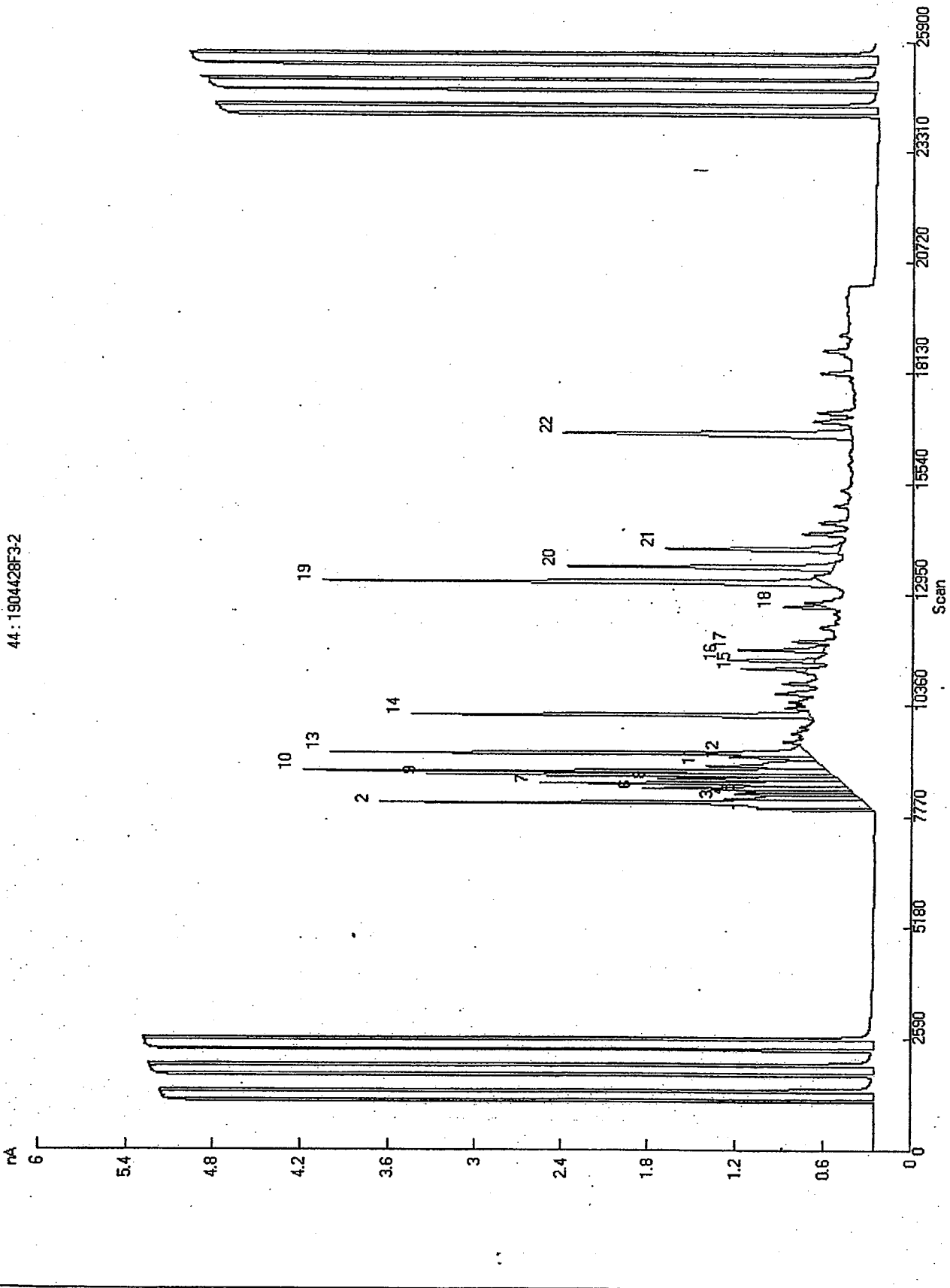
Mean: 1.1682E-02 3.8097E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.34

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	800.1	0.39	1.8747E-09	1.1750E-02	5.78	-29.45	3.7061E-03	-27.03	-46.53	-17.11
2	811.2	14.95	7.7050E-09	1.1801E-02	10.18	-24.91	3.7028E-03	-27.90	-47.40	-18.00
3	841.7	0.63	3.8439E-09	1.1830E-02	12.61	-22.36	3.7007E-03	-28.48	-47.94	-18.58
4	882.2	6.13	2.9192E-08	1.1733E-02	4.35	-30.87	3.7007E-03	-28.47	-47.94	-18.58
5	915.4	0.38	2.4176E-09	1.1823E-02	12.00	-22.94	3.6953E-03	-29.90	-49.35	-20.02
6	1062.4	0.48	4.7735E-09	1.1771E-02	7.61	-27.48	3.6972E-03	-29.46	-48.92	-19.56
7	1141.1	0.33	2.1584E-09	1.1814E-02	11.29	-23.71	3.6994E-03	-28.89	-48.37	-19.00
8	1165.0	0.65	4.2740E-09	1.1799E-02	10.00	-25.03	3.6995E-03	-28.89	-48.36	-19.00
9	1185.5	1.31	8.1155E-09	1.1718E-02	2.88	-32.39	3.6995E-03	-28.87	-48.33	-18.98
10	1270.4	3.02	2.3681E-08	1.1764E-02	7.05	-28.09	3.7003E-03	-28.70	-48.17	-18.80
11	1333.4	7.58	8.9325E-08	1.1770E-02	7.53	-27.69	3.7015E-03	-28.40	-47.88	-18.49
12	1362.8	2.54	1.8878E-08	1.1765E-02	7.09	-28.04	3.7003E-03	-28.74	-48.21	-18.84
13	1404.2	1.97	1.5757E-08	1.1773E-02	7.83	-27.26	3.6988E-03	-29.14	-48.60	-19.24
14	1503.7	0.32	2.6950E-09	1.1801E-02	10.18	-24.83	3.6978E-03	-29.44	-48.91	-19.55
15	1581.5	4.45	5.9400E-08	1.1779E-02	8.39	-26.70	3.7008E-03	-28.71	-48.19	-18.81
16	1724.3	0.65	6.1195E-09	1.1789E-02	9.21	-25.84	3.6988E-03	-29.29	-48.76	-19.40

66

44:1904428F32



67

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904428F3-2.raw	Acquisition Date: 19/07 19:34
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 30
Line: 16	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825428 Fraction 3/15uL	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.88	127.5	1.1679E-02	3.8128E-03
2	4.96	187.4	1.1880E-02	3.8115E-03
3	5.00	247.4	1.1880E-02	3.8107E-03
26	4.50	2427.3	1.1880E-02	3.8107E-03
27	4.57	2487.2	1.1680E-02	3.8126E-03
28	4.69	2547.2	1.1680E-02	3.8133E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8119E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.31

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	795.8	0.79	4.0713E-09	1.1582E-02	-8.40	-44.17	3.7214E-03	-23.72	-43.25	-13.73
2	809.9	3.33	2.5965E-08	1.1758E-02	6.69	-28.43	3.6996E-03	-29.43	-48.88	-19.53
3	818.2	0.93	8.3102E-09	1.1730E-02	4.29	-30.92	3.7022E-03	-28.76	-48.22	-18.85
4	830.6	0.82	5.1200E-09	1.1728E-02	4.10	-31.09	3.6988E-03	-29.69	-49.13	-19.79
5	835.6	0.73	3.5367E-09	1.1714E-02	2.97	-32.27	3.7003E-03	-29.26	-48.71	-19.35
6	843.0	1.41	9.8809E-09	1.1754E-02	6.35	-28.78	3.6996E-03	-29.45	-48.91	-19.55
7	854.8	2.08	1.3035E-08	1.1698E-02	1.54	-33.74	3.6999E-03	-29.35	-48.80	-19.44
8	865.4	1.23	7.2870E-09	1.1700E-02	1.78	-33.49	3.6998E-03	-29.45	-48.89	-19.54
9	874.3	2.80	1.4387E-08	1.1681E-02	0.08	-35.24	3.6998E-03	-29.38	-48.83	-19.47
10	882.9	3.61	2.0441E-08	1.1729E-02	4.20	-31.01	3.7012E-03	-29.03	-48.49	-19.12
11	895.5	0.80	8.5982E-09	1.1729E-02	4.19	-31.01	3.7001E-03	-29.32	-48.77	-19.41
12	916.5	0.57	3.5281E-09	1.1739E-02	5.10	-30.07	3.6998E-03	-29.40	-48.85	-19.50
13	925.3	3.29	1.9218E-08	1.1694E-02	1.26	-34.03	3.6998E-03	-29.40	-48.84	-19.49
14	1014.1	2.75	1.6849E-08	1.1642E-02	-3.28	-38.68	3.6992E-03	-29.55	-48.99	-19.64
15	1122.1	0.44	2.2040E-09	1.1657E-02	-1.94	-37.32	3.6990E-03	-29.61	-49.04	-19.70
16	1142.1	0.59	3.3597E-09	1.1750E-02	5.98	-29.15	3.6985E-03	-29.75	-49.20	-19.85
17	1168.1	0.58	3.9267E-09	1.1842E-02	13.88	-21.01	3.6988E-03	-29.66	-49.13	-19.79
18	1267.2	0.31	1.7845E-09	1.1741E-02	-5.23	-29.90	3.6958E-03	-30.51	-49.94	-20.62
19	1325.7	3.45	2.7405E-08	1.1740E-02	5.18	-29.99	3.7001E-03	-29.32	-48.78	-19.42
20	1360.6	1.82	1.3355E-08	1.1726E-02	3.97	-31.23	3.7003E-03	-29.29	-48.74	-19.38
21	1402.3	1.18	9.4087E-09	1.1773E-02	7.99	-27.09	3.6996E-03	-29.48	-48.93	-19.59
22	1672.2	1.97	2.0277E-08	1.1778E-02	8.44	-28.62	3.6987E-03	-29.72	-49.17	-19.83

68

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : A 825426 A 825428

Numéro d'identification de l'appareil : ISOMAP 2

Instruction de confirmation : T Conf 31

1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre ≥ 10 V

Tune conforme : oui non

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 %

Stabilité conforme : oui non

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 995

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane ;	Méthyldécanoate
Moyenne	- 32.68	- 28.21	- 32.09	- 31.16
Ecart-type	0.05	0.05	0.08	0.19

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %

Précision conforme : oui non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:..... 001C.....

Valeurs obtenues (%o):

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
<i>19241 en Cal Acétate 01</i>	-30.55	-20.80	-33.75	-16.39
<i>19241 en Cal Acétate 02</i>	-30.95	-19.70	-33.57	-16.74

Intervalle de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui non

Résultats : CONFORME / NON CONFORME
Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

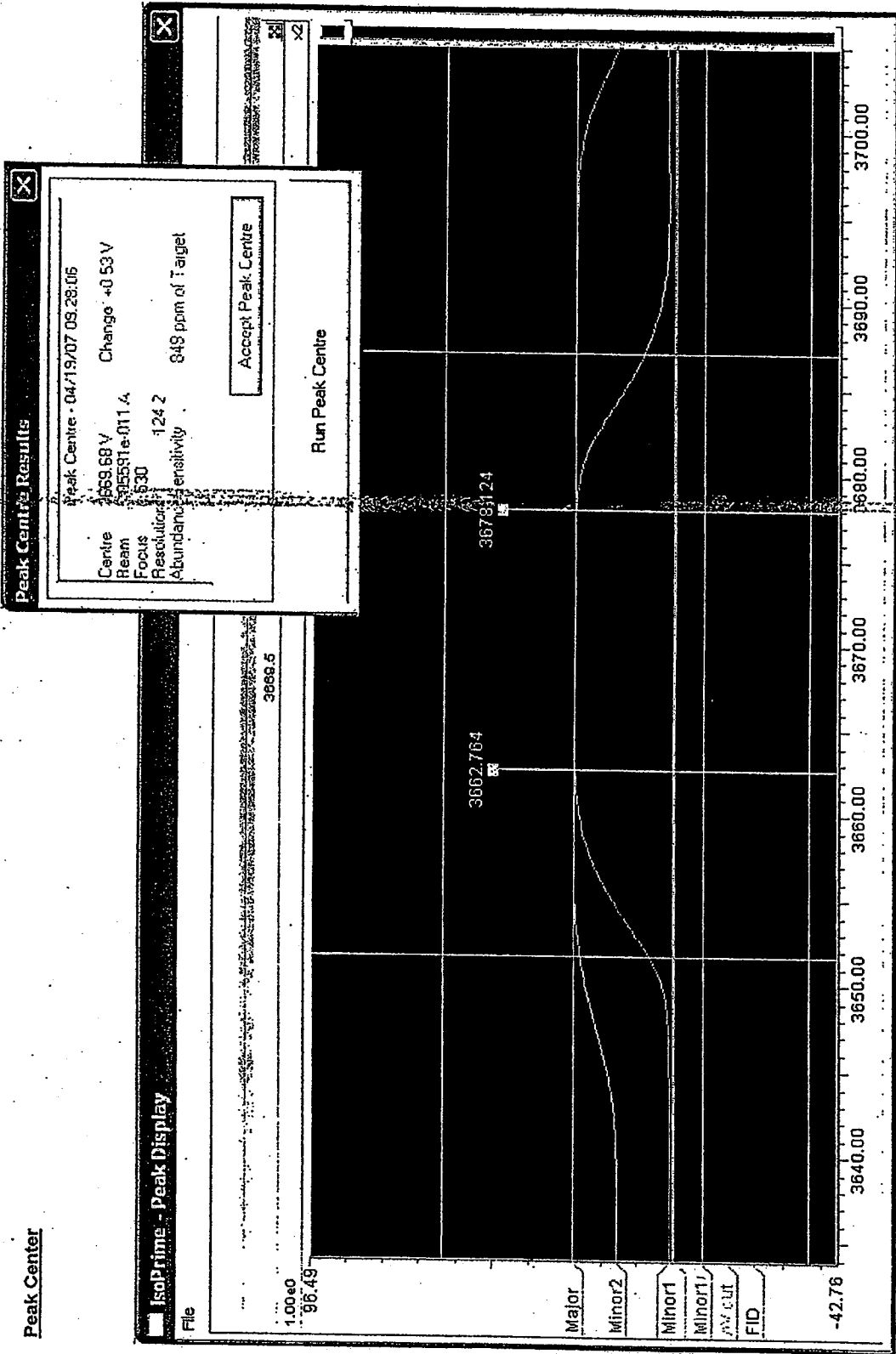
Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
20/4/07	<i>202f</i>	20/04/07	10 <i>[Signature]</i>

*Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.*

70

19/04/2007

Peak Center



71

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904stabilite1.raw	Acquisition Date: 19/4/07 9:32
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 0
Line: 1	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.93	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.50	37.2	1.1681E-02	3.8110E-03
2	4.46	97.1	1.1681E-02	3.8085E-03
3	4.45	157.1	1.1680E-02	3.8074E-03
4	4.48	217.1	1.1679E-02	3.8069E-03
5	4.48	277.1	1.1679E-02	3.8070E-03
6	4.48	337.1	1.1679E-02	3.8072E-03
7	4.50	397.2	1.1679E-02	3.8068E-03
8	4.52	457.2	1.1679E-02	3.8068E-03
9	4.55	517.2	1.1679E-02	3.8068E-03
10	4.60	577.2	1.1679E-02	3.8068E-03

Mean: 1.1679E-02 3.8075E-03
 Std Dev of fit (%): 0.05 0.26

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904stabilite2.raw	Acquisition Date: 19/4/07 9:42
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 0
Line: 2	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major		Ratio 45/44	Ratio 46/44
	Height (nA)	RT (Sec)		
1	4.82	37.3	1.1682E-02	3.8079E-03
2	4.86	37.3	1.1682E-02	3.8079E-03
3	4.84	157.3	1.1681E-02	3.8082E-03
4	4.81	217.3	1.1681E-02	3.8084E-03
5	4.77	277.3	1.1681E-02	3.8086E-03
6	4.75	337.3	1.1681E-02	3.8090E-03
7	4.73	397.3	1.1681E-02	3.8084E-03
8	4.72	457.3	1.1681E-02	3.8088E-03
9	4.69	517.3	1.1681E-02	3.8088E-03
10	4.68	577.2	1.1681E-02	3.8091E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8085E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.05

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

73

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904stabilite3.raw	Acquisition Date: 19/4/07 9:53
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard				Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)				Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
2	4.68	97.2	1.1681E-02	3.8090E-03
3	4.68	157.2	1.1681E-02	3.8090E-03
4	4.71	217.2	1.1681E-02	3.8086E-03
5	4.72	277.3	1.1681E-02	3.8088E-03
6	4.73	337.3	1.1681E-02	3.8087E-03
7	4.75	397.3	1.1681E-02	3.8088E-03
8	4.76	457.3	1.1682E-02	3.8086E-03
9	4.78	517.3	1.1681E-02	3.8086E-03
10	4.80	577.3	1.1682E-02	3.8083E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8087E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.04

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	----------------------

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE : Type : DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur : 30 m
Diamètre interne : 0,25 mm
Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION : Mode : Split Ratio: 1:20:30 ASSURANCE QUALITE
Température : 280 °C AB LNDD
Volume injecté : 2 µl e 18/04/06

CONDITION GC : Température initiale : 100°C pendant 4 min
Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min
150°C->200°C à 30°C/min
Température finale : 200 °C pendant 1 min
Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE : Piège à eau: -100°C
Four à combustion : 850°C
Ligne de transfert : 350°C

CONFIDENTIEL

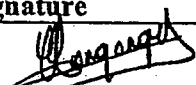


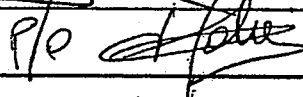
CONDITIONS MS : Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s
à 20s RG open
à 50s RG close
à 80s RG open
à 110s RG close
à 160 HS close
à 600s HS open
à 720s RG open
à 750s RG close
à 780s RG open
à 810s RG open
Délai avant fin de l'acquisition: 30s

APPLICABLE le

25 JAN. 2006

75

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	25/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

CONFIDENTIEL

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalIRMS01.raw	Acquisition Date: 19/04/07 10:08
Project: controle2007_PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spj	Injection Volume: 10
Line: 4	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta		Molecular delta				
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
2	4.95	107.4	1.1681E-02	3.8105E-03
7	4.83	747.6	1.1681E-02	3.8120E-03
8	4.85	807.4	1.1681E-02	3.8122E-03

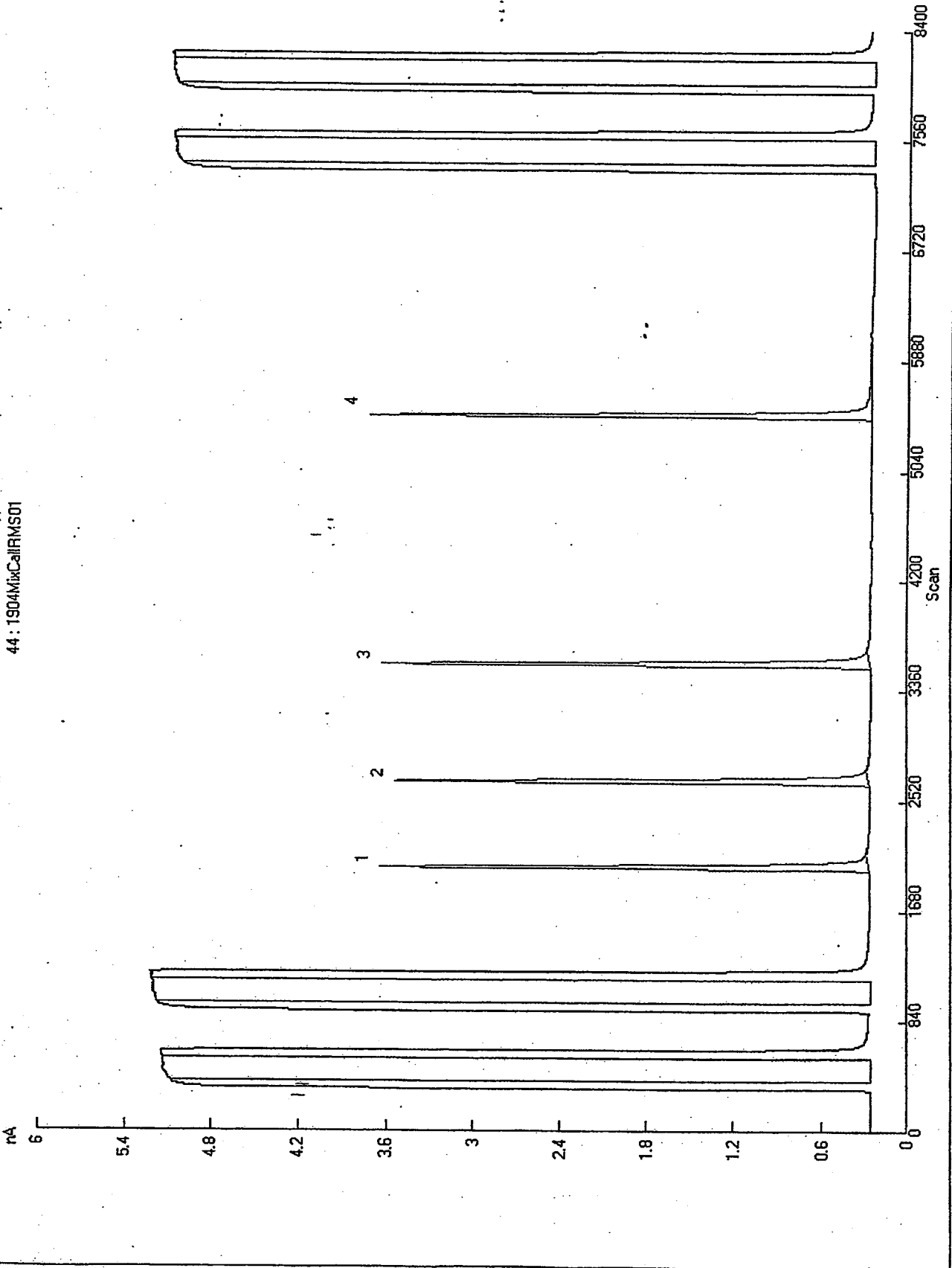
Mean: 1.1681E-02 3.8115E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.12

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	201.9	3.37	1.0705E-08	1.1711E-02	2.52	-32.73	3.6997E-03	-29.23	-48.68	-19.32
2	287.5	3.28	1.0762E-08	1.1781E-02	6.87	-28.24	3.6986E-03	-29.56	-49.01	-19.66
3	358.9	3.37	1.1136E-08	1.1717E-02	3.05	-32.18	3.6975E-03	-29.89	-49.33	-19.99
4	547.3	3.47	1.1278E-08	1.1725E-02	3.82	-31.37	3.6971E-03	-30.07	-49.50	-20.17

77

44: 1904MixCaIIIRMSDT



18

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalIRMS02.raw	Acquisition Date: 19/04/07 10:22
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 5	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

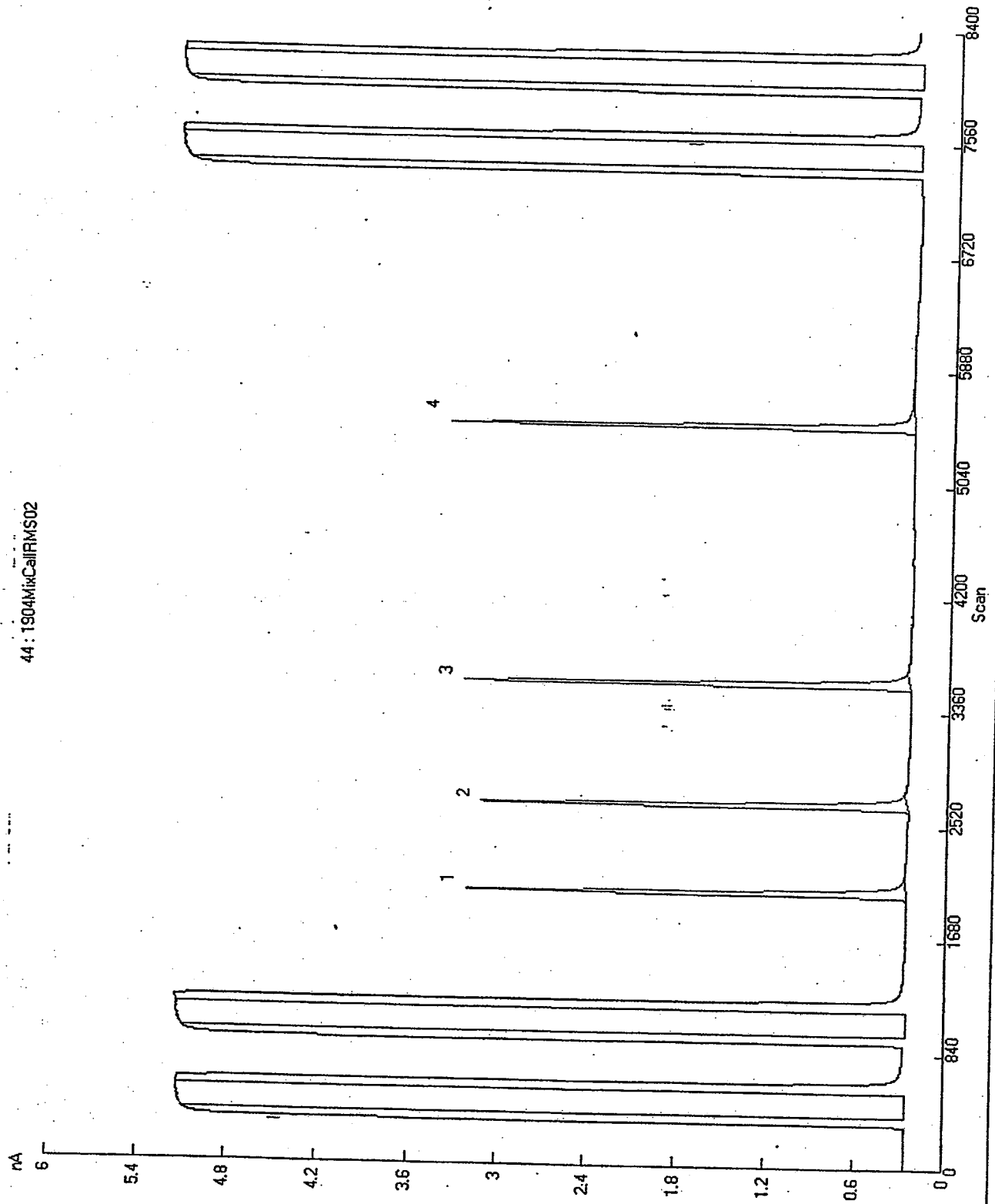
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.36	47.5	1.1681E-02	3.8110E-03
2	4.87	107.4	1.1681E-02	3.8107E-03
7	4.92	747.7	1.1681E-02	3.8114E-03
8	4.93	807.5	1.1681E-02	3.8118E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8112E-03
Std Dev of fit (%): 0.00 0.07

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.5	2.95	9.5097E-09	1.1712E-02	2.63	-32.64	3.7012E-03	-28.81	-48.26	-18.89
2	287.7	2.86	9.4444E-09	1.1761E-02	6.88	-28.24	3.7000E-03	-29.14	-48.60	-19.24
3	356.9	3.00	9.8315E-09	1.1719E-02	3.22	-32.00	3.6979E-03	-29.72	-49.16	-19.82
4	547.2	3.12	1.0113E-08	1.1730E-02	4.17	-30.99	3.6954E-03	-30.43	-49.86	-20.54

44 : 1904MixCallIFMS02



80

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalIRMS03.raw
 Project: controle2007.PRO
 Sample list: 1904.spl
 Line: 6
 MS file: M-AN38B
 Inlet: GC-combustion
 Inlet file: M-AN38b
 Sample ID:
 Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 19/07 10:38
 Weight: 0.00
 Injection Volume: 10
 Bottle: 1
 Type:
 Standard:
 Slot Number: JB 251
 Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta			Molecular delta			
Label:	Value:		Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3		delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20		delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.93	47.6	1.1681E-02	3.8108E-03
2	4.94	107.5	1.1681E-02	3.8103E-03
7	5.15	747.8	1.1682E-02	3.8111E-03
8	5.18	807.6	1.1681E-02	3.8112E-03

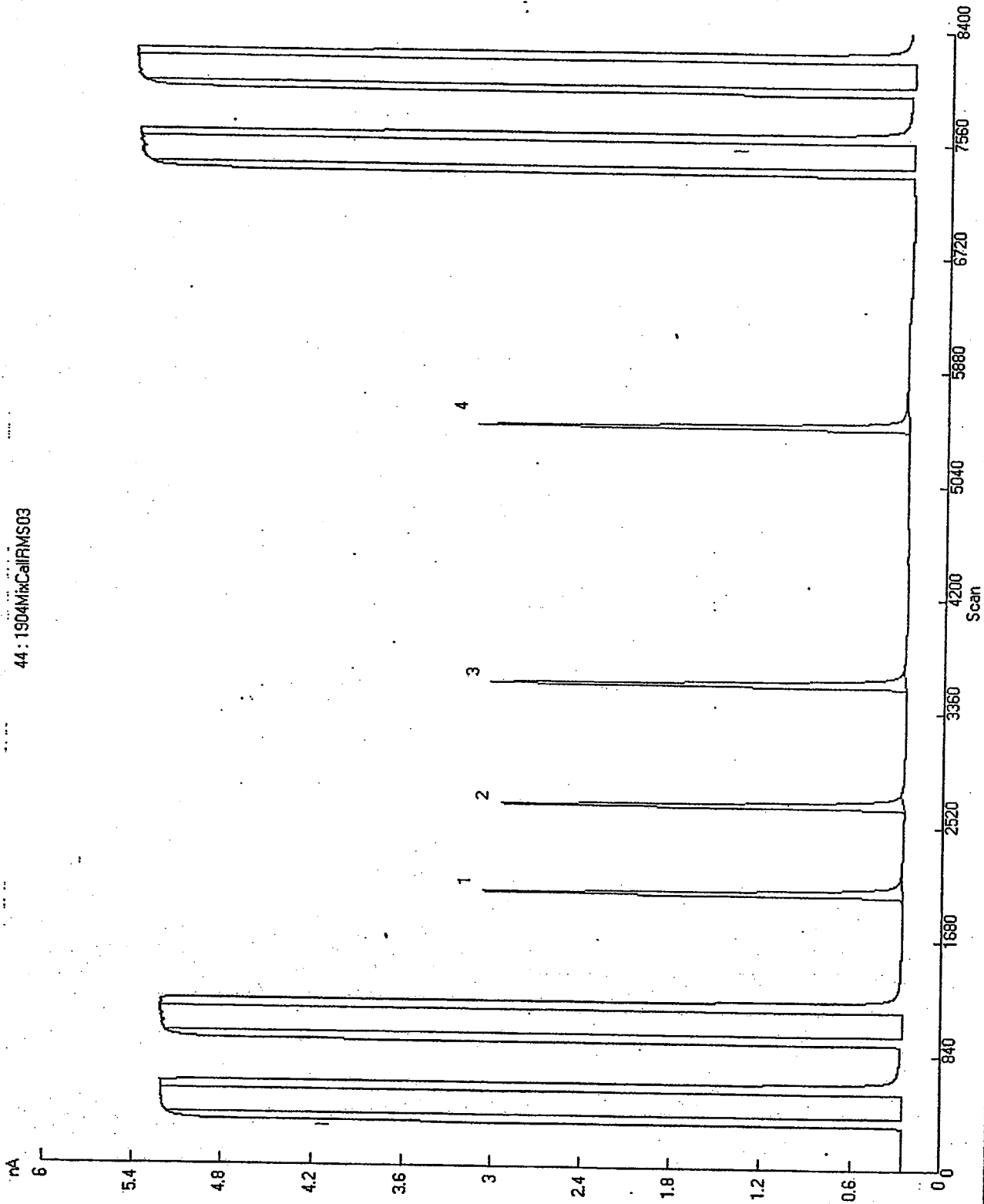
Mean: 1.1681E-02 3.8109E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.07

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.5	2.80	9.0904E-09	1.1712E-02	2.80	-32.66	3.7004E-03	-28.94	-48.39	-19.03
2	267.7	2.69	8.9101E-09	1.1763E-02	8.97	-28.15	3.6996E-03	-29.15	-48.61	-19.25
3	357.0	2.78	9.1942E-09	1.1718E-02	3.12	-32.11	3.6989E-03	-29.36	-48.81	-19.45
4	547.3	2.87	9.3457E-09	1.1729E-02	4.07	-31.12	3.6972E-03	-29.85	-49.29	-19.95

81

44:1904MixCallRMS03



82

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 19/4/07 11:10
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard				Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)				Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Crag					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
2	5.19	187.7	1.1682E-02	3.8103E-03
3	5.21	247.7	1.1683E-02	3.8098E-03
8	5.11	2427.8	1.1682E-02	3.8107E-03
9	5.12	2467.7	1.1682E-02	3.8114E-03
10	5.20	2547.7	1.1682E-02	3.8119E-03

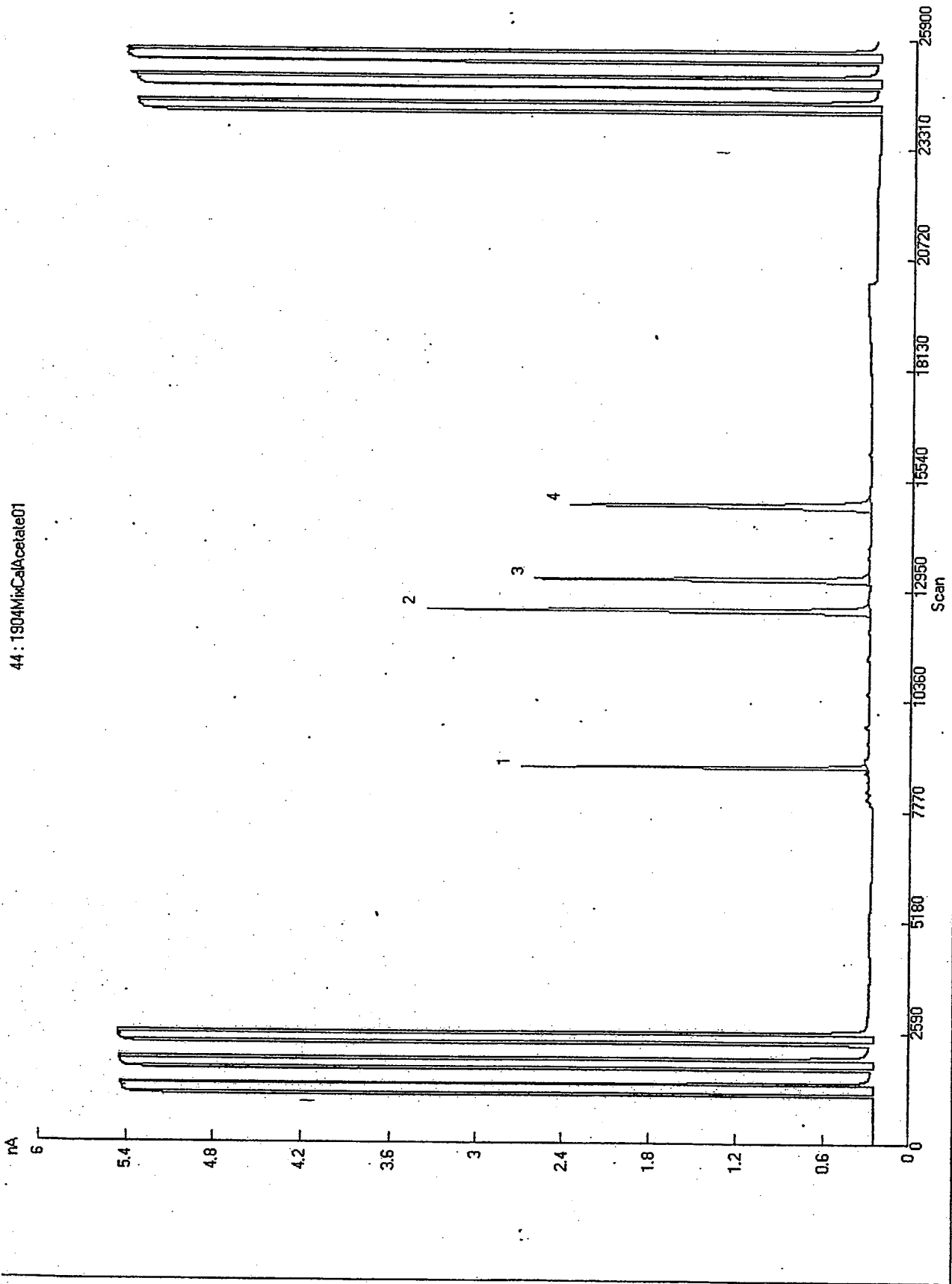
Mean: 1.1683E-02 3.8108E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.12

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	981.3	2.39	1.1161E-08	1.1737E-02	4.65	-30.55	3.7010E-03	-28.74	-48.21	-18.84
2	1250.0	3.06	2.3456E-08	1.1856E-02	14.88	-20.00	3.8994E-03	-29.20	-48.68	-19.32
3	1322.7	2.32	1.7592E-08	1.1701E-02	1.54	-33.75	3.7000E-03	-29.07	-48.52	-19.16
4	1498.2	2.08	2.0503E-08	1.1897E-02	18.38	-16.39	3.7003E-03	-28.00	-48.49	-19.13

83

44: 1904MixCalAcetate01



84

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalAcetate02.raw	Acquisition Date: 19/4/07 23:17
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 10
Line: 21	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.74	127.4	1.1679E-02	3.8125E-03
2	4.82	187.3	1.1679E-02	3.8111E-03
3	4.86	247.3	1.1680E-02	3.8098E-03
8	4.80	2427.4	1.1680E-02	3.8110E-03
9	4.85	2487.3	1.1680E-02	3.8120E-03
10	4.75	2547.3	1.1679E-02	3.8122E-03

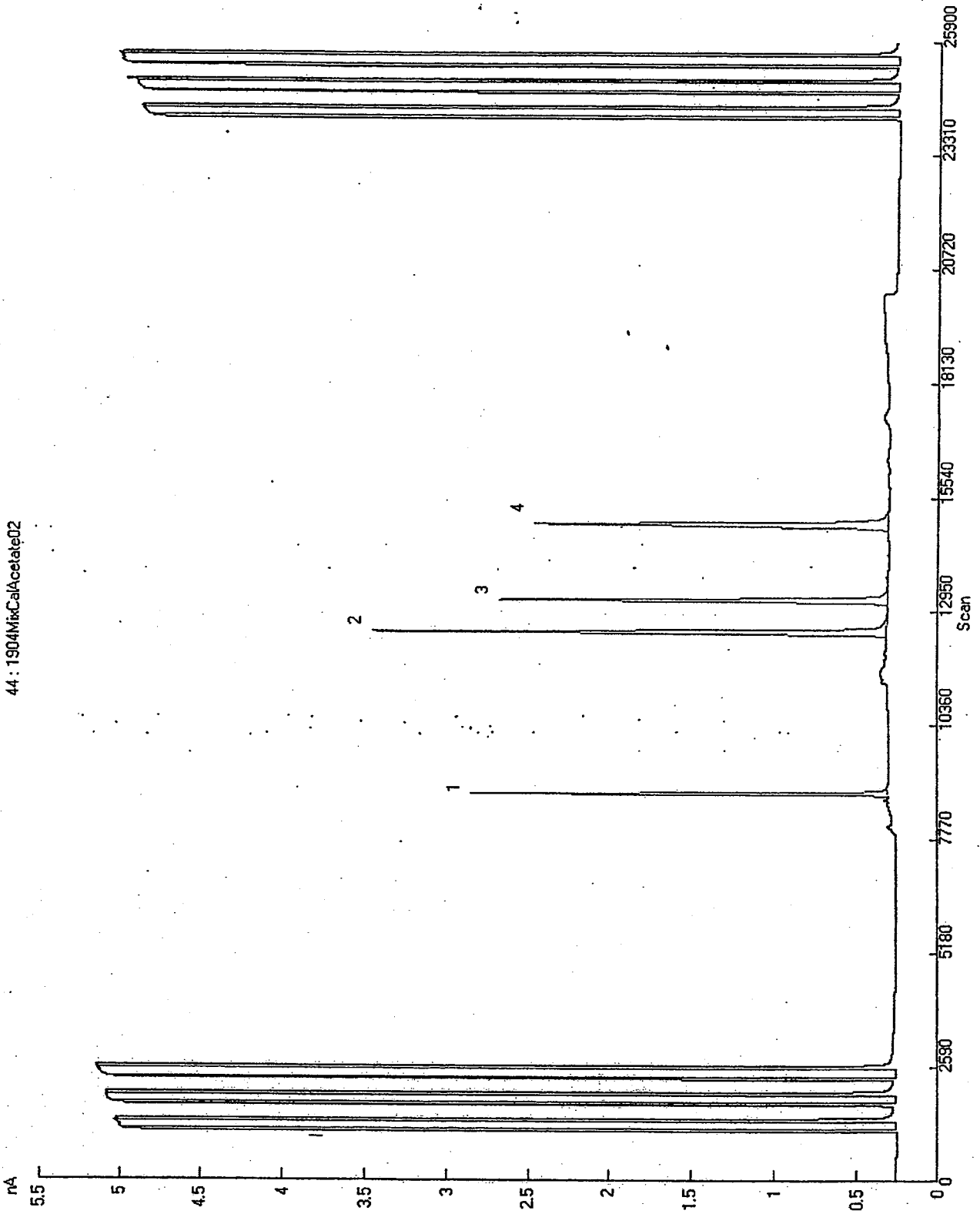
Mean: 1.1679E-02 3.8114E-03
 Std Dev of fit (%): 0.04 0.29

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	880.5	2.55	1.1913E-08	1.1730E-02	4.36	-30.85	3.7009E-03	-28.97	-48.43	-19.07
2	1249.0	3.14	2.4242E-08	1.1856E-02	15.16	-19.70	3.7002E-03	-29.17	-48.65	-19.29
3	1321.8	2.37	1.8310E-08	1.1699E-02	1.71	-33.57	3.7003E-03	-29.15	-48.60	-19.24
4	1495.1	2.16	2.0683E-08	1.1895E-02	18.43	-16.34	3.7002E-03	-29.20	-48.69	-19.33

85

44: 1904MixCalAcetate02



86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon :	A 825428	Instrument :	GC/C/IRMS Isoprime 2
Répertoire:	1904	CO et paraphe:	49 

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -52,69

**COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX**

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	1904Blu2F1	1904Blu2F1	1904428F1	1904428F1
tr (s)	880	1498	882	1498
trr	-	1,702	-	1,699
Intensité (nA)	2,1	3,1	2,4	2,8
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ mesurée	-30,75	-24,77	-31,08	-24,46
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ corrigée	-	-21,83	-	-21,49

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	1904Blu2F2	1904Blu2F2	1904Blu2F2	1904428F2	1904428F2	1904428F2
tr (s)	881	1251	1278	881	1251	1278
trr	-	1,420	1,451	-	1,421	1,451
Intensité (nA)	2,8	3,9	4,6	2,8	3,8	4,4
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ mesurée	-30,22	-25,46	-24,67	-30,49	-26,17	-25,56
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ corrigée	-	-22,59	-21,72	-	-23,38	-22,70

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	1904Blu2F3	1904Blu2F3	1904Blu2F3	1904Blu2F3
tr (s)	883	1333	1363	1682
trr	-	1,510	1,544	1,905
Intensité (nA)	6,1	7,6	2,5	4,5
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ mesurée	-30,87	-27,59	-28,04	-26,70
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ corrigée	-	-22,31	-22,85	-21,75

	Echantillon			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	1904428F3-2	1904428F3-2	1904428F3-2	1904428F3-2
tr (s)	883	1326	1361	1672
trr	-	1,502	1,541	1,894
Intensité (nA)	3,6	3,5	1,8	2,0
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ mesurée	-31,01	-29,99	-31,23	-26,62
$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ corrigée	-	-25,21	-26,71	-21,65

87

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	X	
Etio	-19,56	-26,10	X	
Andro	-18,43	-25,02	X	
5 β Adiol	-18,55	-26,97	X	
5 α Adiol	-18,59	-27,40	X	
5 β Pdiol	-18,25	-25,55	X	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,76	-1,09	-1,89	-2,69
Andro - 11 Kétoétio	0,11	-0,42	-1,22	-2,02
5 β Adiol - 5 β Pdiol	-0,56	-2,76	-3,56	-4,36
5 α Adiol - 5 β Pdiol	-1,10	-4,26	-5,06	-5,86

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ (métabolite) - $\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ (composé endogène de référence) > 3‰
 $\delta^{13}\text{C}$ du composé < -28‰

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8‰

COPIE CERTIFIÉE
 CONFORME DES DONNÉES
 ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Conclusion

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC 31) indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 5,1‰ pour le métabolite 5 α -androstanediol.

NB: Il est à noter que le 5 β -androstanediol présente un appauvrissement isotopique de 3,6‰.

Partie à remplir par le responsable

Date et Paraphe du responsable: 20/04/07

Observations:



Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

88

Département des Analyses

Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30206

RAPPORT D'ANALYSE N° 2

Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

Sport : **USADA**
Épreuve et lieu : **Réanalyse**
Date : **16/04/2007**

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :
Date : **16/04/2007**
Type de matériel : **Berlinger**
Nombre d'échantillon(s) : **1 (sur 10 échantillons reçus)**
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825428**

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

Méthodes d'analyses utilisées : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

Conclusions : ($pH = 5.1$ $d = 1.023 \pm 0.001$)

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 5.1 ‰ pour le métabolite 5 α -Androstenediol.

NB : Il est à noter que le 5 β -androstenediol présente un appauvrissement isotopique de 3.6 ‰.

Résultat exprimé par rapport au critère suivant :

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

J. de CEJURRIZ
Directeur

Destinataire :

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

Copie :

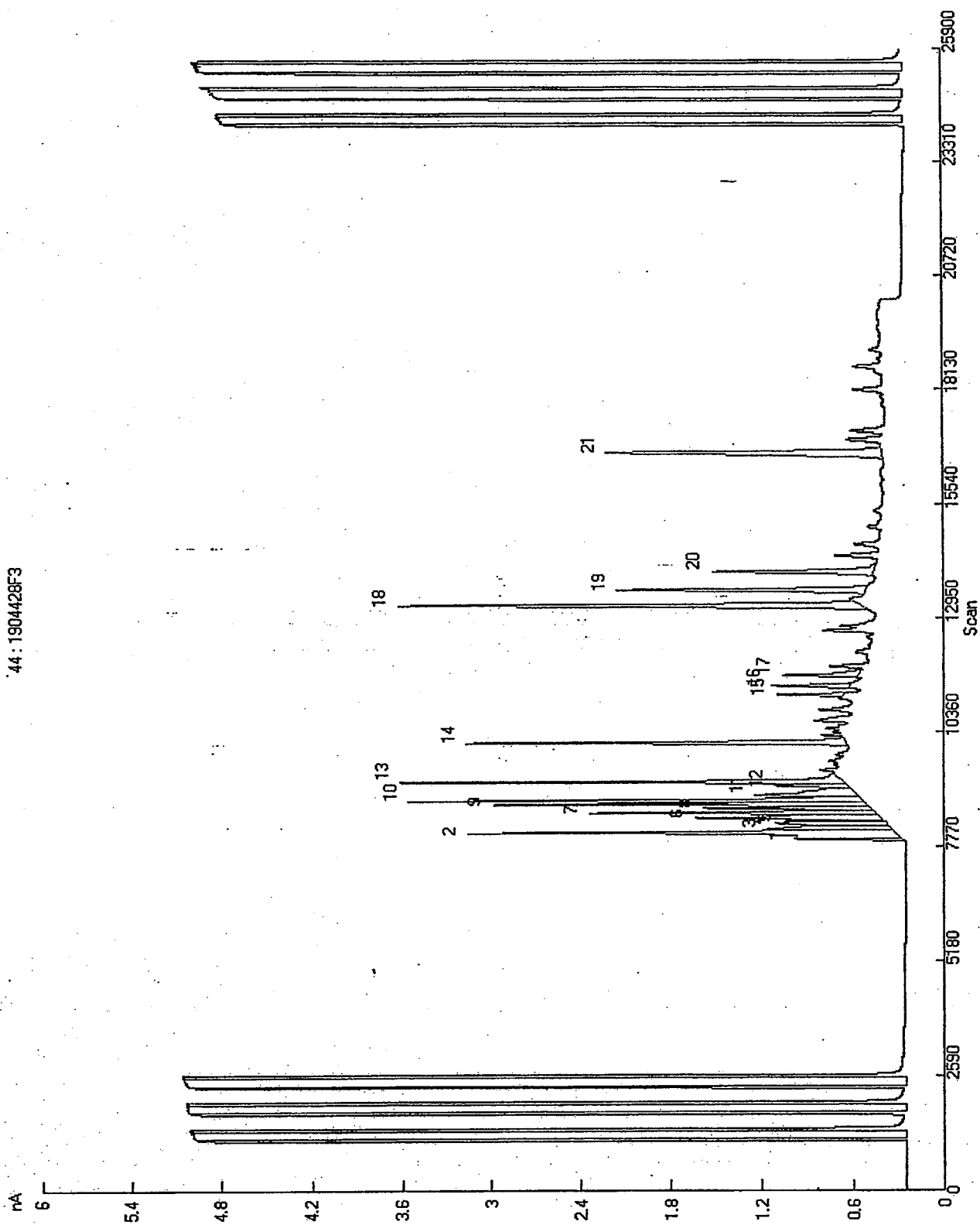
- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 4 page(s).

89

1/1

44:1904428F3



90

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904428F3.raw	Acquisition Date: 19/4/07 18:49
Project: controls2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.sp1	Injection Volume: 30
Line: 15	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825428 Fraction 3/20uL	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label: Value:					Label: Value: wrt:	
Ratio 1: 13C -38.3					delta 45 -34.63 PDB	
Ratio 2: 18O -20					delta 46 -20.06 PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.72	127.4	1.1680E-02	3.8133E-03
2	4.76	187.3	1.1680E-02	3.8122E-03
3	4.77	247.3	1.1680E-02	3.8115E-03
25	4.53	2427.3	1.1679E-02	3.8106E-03
26	4.58	2487.3	1.1679E-02	3.8130E-03
27	4.70	2547.3	1.1679E-02	3.8138E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8124E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.35

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	793.9	0.71	3.7902E-09	1.1596E-02	-7.20	-42.66	3.6901E-03	-32.08	-51.46	-22.18
2	808.2	2.83	2.1919E-08	1.1754E-02	6.38	-28.74	3.6996E-03	-29.57	-49.02	-19.67
3	818.4	0.82	7.3952E-09	1.1735E-02	4.71	-30.48	3.7013E-03	-29.13	-48.59	-19.23
4	828.8	0.72	4.4147E-09	1.1728E-02	4.09	-31.12	3.7013E-03	-29.12	-48.58	-19.21
5	833.7	0.66	3.3690E-09	1.1716E-02	3.09	-32.13	3.6983E-03	-29.91	-49.35	-20.01
6	841.2	1.21	9.0223E-09	1.1751E-02	6.12	-29.02	3.6996E-03	-29.57	-49.02	-19.67
7	853.2	1.88	1.1004E-08	1.1693E-02	1.11	-34.17	3.7000E-03	-29.47	-48.92	-19.57
8	863.7	1.09	6.3497E-09	1.1696E-02	1.40	-33.87	3.6996E-03	-29.57	-49.01	-19.66
9	872.7	2.47	1.2523E-08	1.1678E-02	-0.11	-35.44	3.7002E-03	-29.42	-48.86	-19.50
10	883.2	3.01	1.7024E-08	1.1730E-02	4.31	-30.88	3.7009E-03	-29.25	-48.70	-19.35
11	893.8	0.67	7.1024E-09	1.1727E-02	4.01	-31.20	3.7013E-03	-29.13	-48.58	-19.22
12	914.9	0.47	2.9108E-09	1.1739E-02	5.07	-30.11	3.7016E-03	-29.07	-48.52	-19.16
13	923.8	2.94	1.6539E-08	1.1889E-02	0.83	-34.47	3.7005E-03	-29.34	-48.79	-19.43
14	1012.5	2.53	1.5097E-08	1.1643E-02	-3.14	-38.55	3.6990E-03	-29.73	-49.16	-19.82
15	1121.1	0.44	2.1315E-09	1.1644E-02	-3.07	-38.47	3.6981E-03	-29.98	-49.41	-20.07
16	1141.2	0.51	2.9223E-09	1.1749E-02	5.91	-29.21	3.6986E-03	-29.84	-49.28	-19.94
17	1165.3	0.50	3.3729E-09	1.1841E-02	13.85	-21.04	3.6989E-03	-29.52	-48.98	-19.64
18	1324.6	3.07	2.3978E-08	1.1743E-02	5.43	-29.73	3.7005E-03	-29.34	-48.79	-19.44
19	1359.4	1.84	1.1705E-08	1.1726E-02	3.98	-31.22	3.7000E-03	-29.49	-48.93	-19.58
20	1401.1	1.06	8.5850E-09	1.1775E-02	8.21	-26.86	3.6993E-03	-29.68	-49.13	-19.79
21	1671.2	1.82	1.8088E-08	1.1779E-02	8.51	-26.55	3.6995E-03	-29.61	-49.07	-19.72

91